Système de chromatographie ionique ICS-900

Manuel de l'opérateur

Document de référence No. 065215
Revision 01 March 2008

Traduction 30 septembre 2008
sylvain.morel@dionex.com

Sommaire

1 • Introduction

1.1 Vue d'ensemble de l'ICS-900

1.2 Le manuel de l'opérateur de l'ICS-900

1.2.1 Vue d'ensemble

1.2.2 Messages et notes de sécurité

1.3 Sécurité et informations réglementaire

1.3.1 Etiquettes de sécurité

2•Description

2.1 Fonctions de base

2.1.1 Porte avant et couvercle.

2.1.2 Composantdu panneau

2.1.3 Panneau arrière

2.2 Schéma fluidique

2.3 Détails des composants du système

2.3.1 Pompe

2.3.2 Capteur de pression

2.3.3 vanne d'injection et boucle d'échantillonnage

2.3.4 Suppresseur à MicroMembrane MMS 300

2.3.5 Régénération par dépalcement chimique (DCR)

2.3.6 Cellule de conductivité et DS5

2.4 Logiciel Chromeleon and Chromeleon Xpress

2.4.1 Le panneau Tabset

2.4.2 Mode de contrôle logiciel

2.4.3 Système Wellness et prédiction de Performance

3 • Operation et Maintenance

3.1 Vue d’ensemble

3.2 Allumer l’ICS900

3.3 Connecter le Chromeleon ou Chromeleon Xpress

3.4 Préparer l’éluant

3.5 Préparer le régénérant.

3.6 Amorcer la pompe

3.7 Equilibrer le système

3.8 Vérifier l’état opérationnel

3.9 Configurer le mode Standby

3.10 Préparer les échantillons

3.10.1 Collecte et enregistrement

3.10.2 Pré-traitement

3.10.3 Dilution

3.11 Analyser les échantillons

3.11.1 vue d’ensemble

3.11.2 Analyser manuellement les échantillons.

3.11.3 Analyser automatiquement les échantillons (Batch Processing)

3.11.4 Charger et injecter les échantillons avec un passeur

3.11.5 Charger et injecter les échantillons avec une seringue

3.11.6 Exemple de commandes Chromeleon pour charger et injecter les échantillons

3.12 Maintenance

4 • Dépannage

4.1 Alarmes et erreurs

4.2 Fuite de liquide

4.3Difficultés à amorcer la

4.4 La pompe ne démarre pas

4.5 Pas de débit .

4.6 Débit Erratique ou pression erratique

4.7 Pression excessive

4.8 Pic fantôme”

4.9 Pics non reproductibles (aire et temps de retention)

4.10 temps de rétention anormaux ou sélectivité anormale.

4.11 Pas de réponse du détecteur

4.12 Détecteur saturé

4.13 Dérive de la ligne de base

5•Service

5.1 Diagnostiques et Calibrations .

5.1.1 Ouvrir un panneau Wellness

5.1.2 Panneau Wellness

5.1.3 Calibrer le capteur de pression

5.1.4 Calibrer la cellule

5.1.5 Calibrer le debit

5.2 Remplacer les tubes et Fittings

5.3 Isoler un bouchage dans la ligne fluidique

5.4 Nettoyer les bouteilles d'éluants

5.5 Changer la boucle d'injection

5.6 Nettoyer et remplacer les clapets

5.7 Remplacer un joint de piston ou un joint

5.8 Remplacer un Piston

5.9 Remplacer le joint de la vanne de purge

5.10 Faire la maintenance de la vanne d'injection .

5.11 Remplacer la cellule de conductivité

5.12 Remplacer le suppresseur

5.13 Changer les fusibles

A • Specifications

A.1 Electriques

A.2 Physiques

A.3 Environmentales

A.4 Panneau avant

A.5 panneau arrière

A.6 Pompe

A.7 Détecteur

A.8 Cellule de

A.9 Vanne d'injection

A.10 Volume mort

B • Reordering Information

C • Contrôle TTL et Relai

C.1 Connecter un TTL ou Relai

C.2 Selectionner un modes de contrôleet une fonction pour le TTL d'entrée

C.3 Configurer le relai de sortie 1 ou 2 pour répondre au débit de la pompe

C.4 Controller les TTL et Relay de sortie

C.5 Controller un AS40 avec un relai

D•FAQ

E • Introduction to Ion Chromatography (IC)

F • Glossary. . . . . .

1 • Introduction

1.1 Vue d'ensemble the ICS-900

Le système Dionex de chromatographie ionique ICS-900 permet les analyses ioniques isocratiques en utilisant la détection de conductivité suppressée. L'ICS-900 est un système compact de chromatographie ionique composé d'une pompe, une vanne d'injection et d'une cellule de conductivité. Les autres composants du système (colonne de garde, colonne de séparation et suppresseur) sont acquis séparément.

L'ICS-900 est contrôlé par un PC tournant sous Windows® XP ou Windows® 2000 avec le système de gestion chromatographique Chromeleon® (version 6.8 SP4 ou plus) ou Chromeleon Xpress. Le système de gestion chromatographique Chromeleon permet un contrôle complet de l'instrument, acquisition et gestion des données. Chromeleon Xpress permet un contrôle en temps réel et un suivi des instruments de chromatographie, mais n'inclue pas les potentialités de gestion des données.

Pour la communication entre l'ICS-900 et le PC avec Chromeleon ou Chromeleon Xpress installé, l'ICS-900 doit être connecté à un port USB (Universal Serial Bus) du PC ou a un hub USB. Pour le détail, se référer aux instructions d'installation du système de chromatographie ionique ICS-900 (Document No. 065214). Le manuel est disponible sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891) et dans kit d'expédition de l'ICS-900 (P/N 067768).

NOTE Pour une introduction aux concepts basiques de la chromatographie ionique , voir l'Annexe E.

1.2 Le manuel de l'opérateur ICS-900

1.2.1 Vue d'ensemble

Chapitre 1 Introduit l'ICS-900; explique les conventions
Introduction Utilisées dans ce manuel, incluant les informations relatives à la sécurité.

Chapitre 2 Décrit les fonctions d'utilisation de l'ICS-900, les lignes
Description chromatographiques, et le logiciel requit pour le contrôle de l'ICS-900

Chapitre 3 Fournit les instructions d'utilisation de l'ICS-900
Utilisation et Maintenance et décrit les procédures de maintenance préventive

Chapitre 4 Liste les problèmes et présente étape par étape
Dépannage les procédures pour savoir comment isoler et éliminer la cause d'un problème

Chapitre 5 Fournit les instructions étape par étape pour la maintenance et
Service les procédures pour le remplacement des pièces que l'utilisateur peut exécuter.

Annexe A Fournit les spécifications et les besoins du site pour
Spécifications l'installation de l'ICS-900

Annexe B Liste les pièces détachées pour l'ICS-900.
Information pour la commande

Annexe C Décrit les contrôles par TTL et relais de l'ICS-900
TTL and Relay

Annexe D Fourni des réponses aux questions fréquemment posées
FAQ sur l'utilisation de l'ICS-900

Annexe E Décrit les concepts basiques de la chromatographie ionique
Introduction to Ion Chromatography

Annexe F Fourni les définitions des termes communs utilisées en
Glossaire chromatographie ionique

1.2.2 Notes et message de sécurité

Ce manuel contient des avertissements et des précautions qui peuvent éviter des blessures du personnel et/ou des dommages de l'ICS-900 lorsqu'elles sont suivies. Les messages de sécurité apparaissent en **gras** et sont accompagnés d'icônes comme montré ci-dessous.

Messages d'avertissement en français

Signale une situation de danger immédiat qui, si elle n'est pas évitée, entraînera des blessures graves à mortelles.

Signale une situation de danger potentiel qui, si elle n'est pas évitée, pourrait entraîner des blessures graves à mortelles.

Signale une situation de danger potentiel qui, si elle n'est pas évitée, pourrait entraîner des blessures mineures à modérées. Également utilisé pour signaler une situation ou une pratique qui pourrait gravement endommager l'instrument mais qui n'entraînera pas de blessures.

Notes

Les messages d'informations également apparaissent au fil de ce manuel. Ils sont appelés NOTE et sont écrit en gras :

> **Les NOTES attirent votre attention sur certaines informations. Elles vous alertent d'un résultat inattendu, vous suggèrent comment optimiser les performances de l'instrument, etc.**

1.3 Information de sécurité et réglementation.

L'ICS-900 est conçu pour les applications IC (chromatographie ionique) et ne pourrait être utilisé pour d'autres buts. L'utilisation d'un ICS-900 d'une autre façon que celle spécifiée par Dionex peut entraîner des blessures.

Si vous avez une question sur le bon usage, contactez Dionex avant de procéder. En France contacter Dionex au 01 39 30 01 10 et demander une assistance technique.

1.3.1 Etiquettes de sécurité

Le logo CE sur l'ICS-900 indique qu'il est accord avec la réglementation avec les standards suivant

EMC Susceptibility and Immunity

EN 61326 1997 including A1:1998 and A2:2001

Sécurité

- EN 61010-1:2001
- UL 61010-1:2004
- CAN/CSA-C22.2 61010-1:2004

Ces symboles apparaissent sur l'ICS-900 ou sur les étiquettes apposées sur la machine

Courant alternatif

Mise à la terre

L'alimentation est allumée ou éteinte indique un danger potentiel. Se référer au manuel utilisateur pour une explication sur les risques et comment procéder.

2 • Description

2.1 Fonctions de base

2.1.1 Porte avant et le dessus

La figure 2-1 montre la porte avant et le dessus du système chromatographique ICS-900

Figure 2-1 Système de chromatographie ionique ICS-

LEDs

3 LEDs d'état sont présentes sur la porte avant de l'ICS-900

LED	signification si elle est allumée (verte)	si elle clignote
Power	L'alimentation est allumée	Ne clignote pas
Ready	Le test système passé mais la séquence n'a pas encore démarrée. (la LED reste allimée jusqu'au demurrage ou la sequence est avortée	Le test du sytème ne passe pas (se produit si le test système est execute pendant 10 minutes sans success)
Run	En analyse /acquisition de données	Erreur/alarme/défault (incluant la position de la vane d'injection)

D'autres informations sur le statut de l'appareil et des messages d'erreurs sont affichés dans l'Audit Trail dans le Chroméléon ou Chroméléon Xpress. Pour une description des messages voir la Section 4.1

Injection

Le port d'injection peut être connecté à la vanne d'injection dans l'ICS-900. L'échantillon à analysé est injecté dans le port d'injection en utilisant une seringue. Pour automatisé l'injection, la vanne de l'ICS-900 peut être connectée à un injecteur automatique, au lieu du port d'injection. Pour plus d'informations sur l'injection, voir Section 3.11.5.

Bouteilles d'Eluant et de Régénérant

Le couvercle de ICS-900 est moulé pour recevoir une bouteille d'éluant (P/N 062510) et une bouteille de régénérant (anion, P/N 068222; cation, P/N 068223).

L'éluant charge l'échantillon au travers de l'ICS-900 et facilite le processus de séparation des ions. Le type d'éluant utilisé dépend des analyses effectuées.

Par exemple, un ICS-900 configuré pour l'analyse d'anions utilise de l'éluant carbonate alors qu'un ICS-900 configuré pour l'analyse de cations utilise de l'acide méthanesulfonique (MSA)

Le régénérant renouvelle la capacité de suppresseur pour supprimer la conductivité de l'éluant. Un ICS-900 configuré pour l'analyse d'anion utilise un régénérant à base d'acide sulfurique dilué. UN ICS-900 configuré pour l'analyse de cations utilise un régénérant à base d'hydroxyde de tetrabutylammonium (TBAOH) , pour plus d'informations sur la régénération des suppresseurs, voir la Section 2.3.5.

2.1.2 Panneau avec les composants

La figure 2-2 montre les composants installés sur le panneau « composants » derrière la porte avant de l'ICS-900

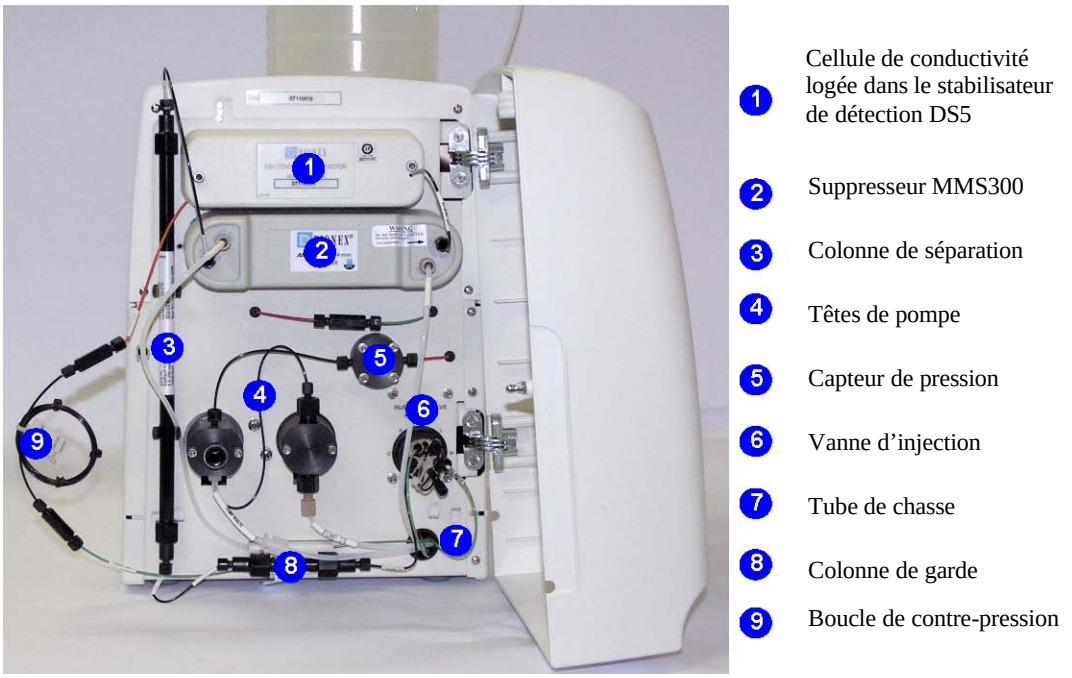


Figure 2-2 Panneau avec les composants montés dans l'ICS-900

Cellule de conductivité

La cellule de conductivité thermostatée mesure la conductivité électrique des ions analyses lors de leur passage au travers de la cellule. Un échangeur thermique dans la cellule régule la température jusqu'à 40°C (104°F). La cellule est logée dans un stabilisateur de détection (P/N 067761). Pour plus de étails sur la cellule de conductivité et le stabilisateur de détection voir la Section 2.3.1

Suppresseur MMS™ 300 MicroMembrane

Le suppresseur MMS 300 réduit la conductivité de l'éluant et accroît celle des ions de l'échantillon, entraînant alors une augmentation de la sensibilité de détectionPour plus de détails sur le suppresseur MMS 300 voir la Section 2.3.4.

Colonnes de separation et colonnes de gardes

Les colonnes de gardes et séparatrices sont remplies avec une résine et permettent la séparation des ions de l'échantillon. La principale fonction de la colonne de garde est de capter les contaminants et d'éliminer les particules qui peuvent endommagées la colonne de séparation.

Capteur de pression

Le capteur de pression mesure la contrepression du système. Voir la Section 2.3.2 pour les details du capteur de pression.

Têtes de pompe

L'ICS-900 contient une pompe à double-piston montés en série. Le débit peut être ajusté de 0.01 mL/min à 5.00 mL/min. Pourtant, pour une performance optimale, ajusté le débit entre 0.20 and 3.00 mL/min. En paramètrant le débit à 0.00 mL/min, cela éteint la pompe. Pour plus de détails concernant la pompe, voir la Section 2.3.1.

Vanne d'injection

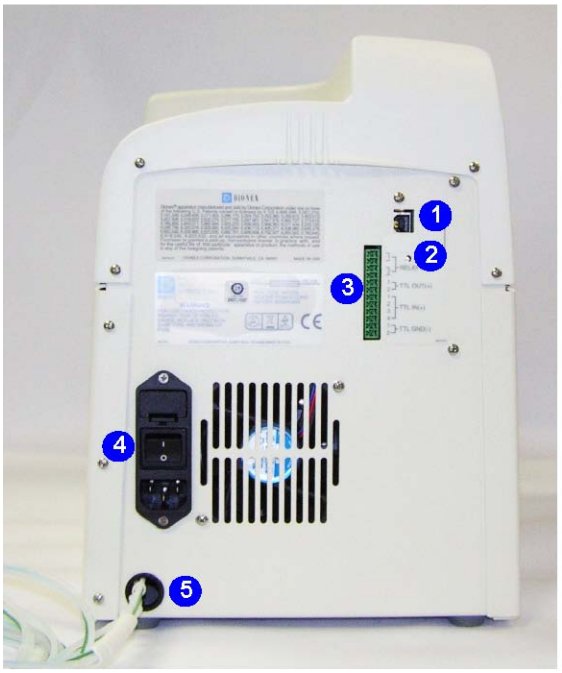
La vanne d'injection comporte 6 voies, elle est active électriquement.
Pour plus de détails sur la vanne d'injection, voir la Section 2.3.3.

Tube de chasse

Le tube de chasse guide les différents tubes depuis le panneau avec les différents composants, au travers de l'ICS-900, jusqu'au panneau arrière.

2.1.3 Panneau arrière

La figure 2-3 montre le panneau arrière de l'ICS-900



1. Connecteur USB
2. LED de connection
3. Connecteur TTL et relai
4. Porte Fusible, Interrupteur et prise d'alimentation
5. Tubes d'évacuation

Figure 2-3 Panneau arrière de l'ICS-900

Connecteur USB

Le connecteur USB connecte l'ICS-900 au PC équipé de Chromeleon Xpress ou Chromeleon. Pour une configuration standard d'un ICS-900 conecté à un PC, connectez un cable USB entre le connecteur USB de l'ICS-900 et le port USB du PC. Pour des instructions détailléessur la connection, se référer aux *instructions d'installation du système de chromatographie ionique ICS-900* (Document No. 065214), fournit sur le CD-ROM Dionex Reference Library C (P/N 053891) et dans le kit ICS-900 (P/N 067768).

LED de connection

La LED de conection indique le statut de la communication entre l'ICS-900 et le PC équipe d'un Chromeleon ou d'un Chromeleon Xpress

Statut de la LED	Description
Link	
ALLUMEE	l'ICS-900 et le PC sont connectés, mais aucune données ne sont actuellement en cours de transmission ou de réception
CLIGNOTANT	L'ICS-900 et le PC sont connectés et des données sont transmises
ETEINTE	L'ICS-900 et le PC ne sont pas connectés

Connecteur TTL et relai

La barrette de connecteur TTL et relai fournit 2 TTL de sorties, 2 relais de sorties et 4 TLL d'entrée. Les sorties peuvent être utilisés contrôler des modules contrôlables par des fonctions TTL ou relai. Les entrées peuvent être utilisées pour basculer la vanne d'injection, allumer ou éteindre la pompe, et même effectuer une commande Autozero. Pour plus d'informations sur les instructions de connexion, voir l'Annexe C.

Porte Fusible, Interrupteur et prise d'alimentation

- Le porte fusible contient deux fusibles IEC 127 fast-blow de 3.15 A (P/N 954745). Pour des instructions sur le chargement des fusibles, voir la Section 5.13.
- L'interrupteur permet de mettre sous tension ou d'éteindre l'ICS-900.
- Le cordon d'alimentation se connecte à une prise 3 broches IEC 320.

Le cordon d'alimentation principal est utilisé comme dispositif principal de débranchement. Veillez à ce que la prise de base soit située/installée près du module et facilement accessible.

Tubes d'évacuations

Les lignes suivantes quittent l'ICS-900 au travers du tube d'évacuation situé en dans le coin gauche du panneau arrière.

- Eluant
- Régénérant
- Sortie de cellule
- Poubelle (échantillon, régénérant, and amorçage de la pompe)

2.2 Schéma fluidique

La figure 2-4 montre le circuit fluidique de l'ICS-900

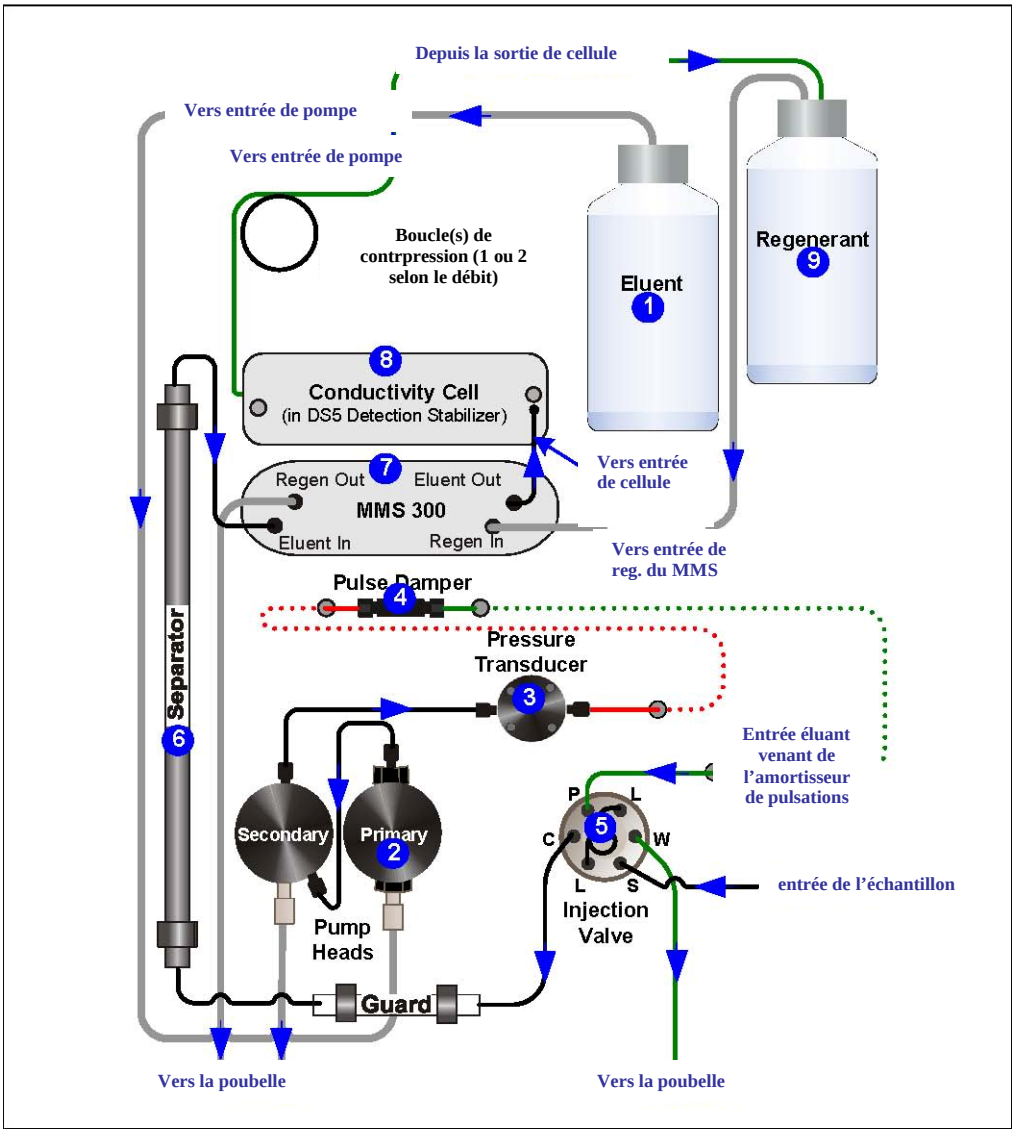


Figure 2-4. Schéma fluidique de l'ICS-900

Circuit fluidique au travers de l'ICS-900. Se référer à la Figure 2-4 pour la numérotation des différentes parties du circuit.

L'éluant de la bouteille ❶ est tiré jusqu'à la pompe ❷ La pompe pousse l'éluant dans le capteur de pression. ❸ qui mesure la pression du système et au travers e l'amortisseur de pulsation ❹ qui lisse les variations mineurs de pression de la pompe pour minimiser le bruit de fond. L'éluant est injecté dans la vanne d'injection ❺ .Après l'échantillon est chargé dans la boucle d'échantillonnage. La vanne d'injection est basculée en position « inject ». L'éluant passe au travers de la boucle d'échantillonnage poussant l'échantillon dans le flot d'éluant. Le mélange échantillon/éluant est pompé au travers des colonnes de garde et de séparation ❻ où les ions sont séparés par un procédé d'échange d'ions. Le mélange échantillon/éluant est alors débité dans le suppresseur ❼ qui suppresse la conductivité de l'éluant et augmente la conductivité des analytes. Le régénérant circule constamment au travers du suppresseur restaurant les sites d'échange d'ions dans leur état original. Le mélange échantillon/éluant circule ensuite au travers de la cellule de conductivité ❽ où les analytes sont détectés. Un signal est produit et envoyé au logiciel Chromeleon ou au logiciel Chromeleon Xpress. Finalement, l'éluant coule de la cellule dans la bouteille de régénérant ❾ où le régénérant est pressurisé et dirigé vers le suppresseur.

2.3 Détails des Composants du Système

2.3.1 Pompe

La pompe de l'ICS-900 est un système de pompage isocratique base sur un microprocesseur. Sa vitesse variable, la conception en double piston-série assure un pompage sans pulsation pour la plupart des applications demandées.

Tête de pompe primaire

La tête de pompe primaire pompe l'éluant vers la seconde tête (voir Figure 2-5). Les clapets, qui empêchent le retour du flux dans la pompe, sont localisés en bas (aspiration) et au dessus (refoulement) de la tête de pompe primaire

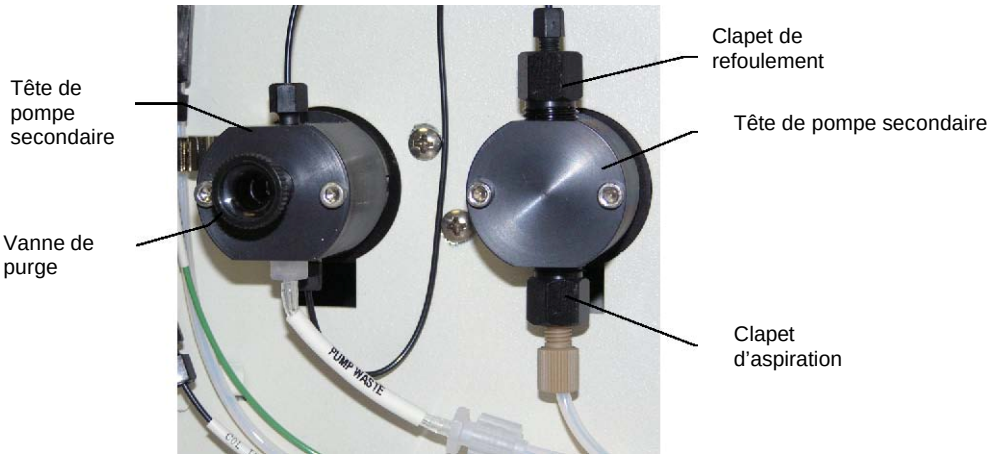


Figure 2-5. Composant de la pompe de l'ICS-900

Tête de pompe secondaire

La tête de pompe secondaire délivre l'éluant vers le capteur de pression. La vanne de purge est localisée sur le devant de la tête de pompe secondaire (voir Figure 2-5).

Pour ouvrir la vanne de purge, tourner la vis d'un demi-tour dans le sens anti-horaire. Quand la vanne de purge est dans la position ouverte, tous les effluents sont refoulés vers la poubelle.

2.3.2 Capteur de pression

Le capteur de pression mesure la pression du système au point où l'éluant est délivré en sortie de clapet de refoulement. Les lectures de pression indiquent que le système de pompage délivre un débit précis et lissé. Les lectures de pression peuvent être suivies grâce au Chromeleon où au Chromeleon Xpress.

La pression du système doit rester constante (pas plus de 3% de différence depuis la précédente lecture). Les limites de pression hautes et basses peuvent être utilisées pour stopper le débit de la pompe si ces limites sont dépassées. Les limites de pression peuvent être paramétrées depuis le Chroméléon (dans la boite de dialogue « server configuration properties » ou dans un programme Chromeleon ou Chromeleon Xpress). Pour obtenir des informations pour remédier à une panne, si la limite de pression est dépassée, voir Section 4.7.

Amortisseur de pulsation

Le débit en sortie du capteur de pression est orienté vers l'amortisseur de pulsation qui lisse les variations mineures de pression. Depuis cet amortisseur, le débit est dirigé vers la vanne d'injection et ensuite vers les autres composants du système chromatographique.

2.3.3 Vanne d'injection avec boucle d'injection

La vanne d'injection est une vanne six voies Rheodyne activée électriquement. Une boucle d'injection de 10 µL (P/N 042949) est installée sur la vanne en usine. La vanne possède deux positions : LOAD et INJECT. L'éluant circule au travers des chemin LOAD et INJECT dépendant de la position de la vanne.

Figure 2-6 montre le schéma fluidique de la vanne

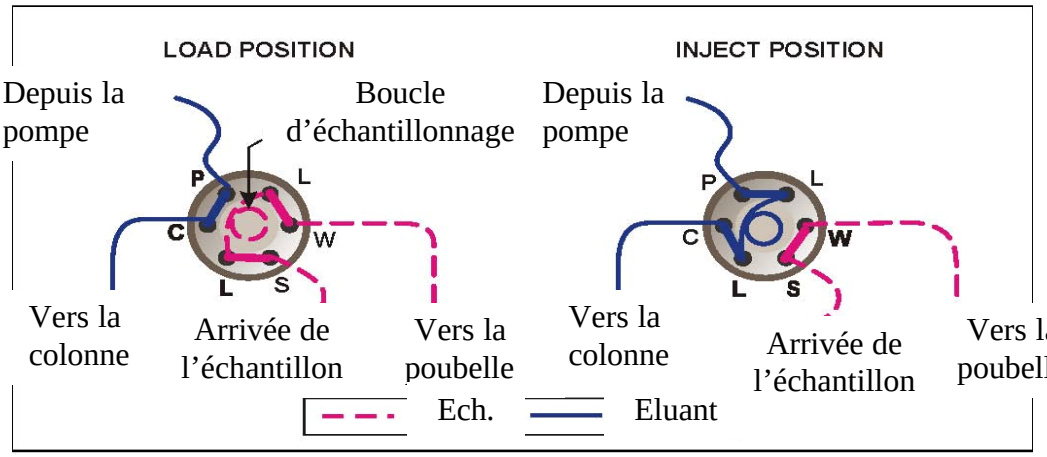


Figure 2-6. Schémas fluidiques de la vanne d'injection

• Dans la position LOAD, l'échantillon est chargé dans la boucle d'échantillonnage où elle est conservée jusqu'à l'injection. L'éluant circule depuis la pompe, au travers de la vanne jusqu'à la colonne contournant la boucle d'échantillonnage. L'échantillon circule depuis la seringue ou depuis l'injecteur automatique (si installé) au travers de la vanne dans la boucle d'échantillonnage. L'excès d'échantillon est dirigé vers la poubelle.

• Dans le position INJECT, l'échantillon est rejeté vers la colonne pour l'analyse. L'éluant circule depuis la pompe, au travers de la boucle d'échantillonnage jusqu'à la colonne, emportant le contenu de la boucle d'échantillonnage avec lui. Section 3.11.2 décrit comment injecter des échantillons manuellement; Section 3.11.3 décrit comment injecter des échantillons avec un passeur automatique.

2.3.4 Suppresseur à MicroMembrane MMS 300

Le suppresseur MMS 300 réduit la conductivité de l'éluant et augmente la conductivité des ions de l'échantillon, augmentant alors la sensibilité de la détection.

Comme illustré sur la Figure 2-7, un débit constant de régénérant sur les membranes restaure les capacités de suppression du MMS 300.

Un procédé appelé régénération par déplacement chimique (DCR) pousse le régénérant depuis la bouteille de régénérant vers le suppresseur. Voir la Section 2.3.5 pour plus de détails.

Pour plus d'information sur le MMS 300, se référer au manuel du suppresseur. Les manuels des suppresseurs sont inclus dans le CDROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

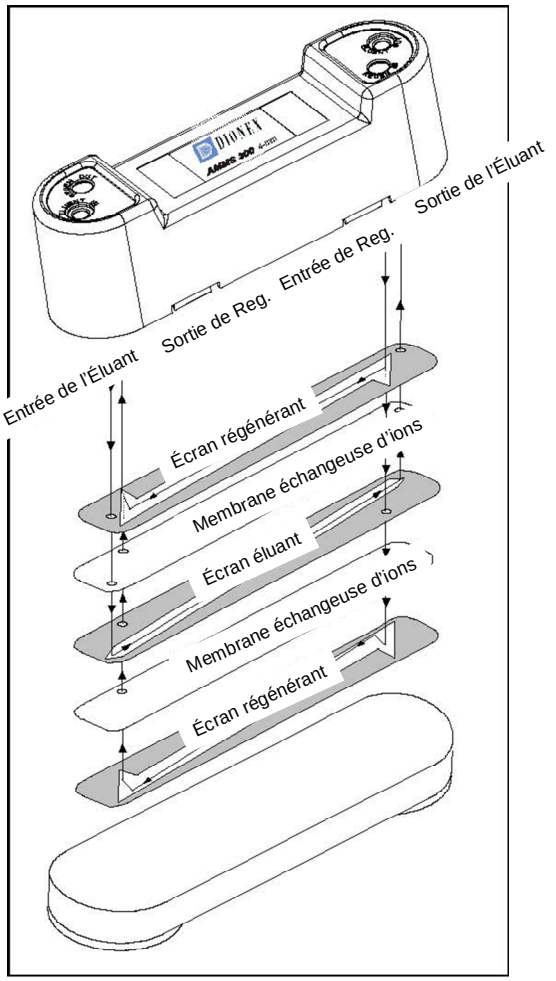


Figure 2-7. Flux dans le suppresseur MMS 300

2.3.5 Régénération chimique par déplacement (DCR)

La régénération chimique par déplacement (DCR) est le procédé qui restaure les facultés du MMS 300 à suppresser l'éluant. En DCR, l'éluant qui est dans la cellule de détection est pompé jusqu'à la bouteille de régénérant. L'éluant pressurise la bouteille et pousse le régénérant dans le suppresseur. Pourtant, parce que l'éluant possède une densité différente du régénérant, ils restent séparés.

En mode DCR pour l'analyse des anions (voir Figure 2-8), l'éluant est moins dense que le régénérant et il reste en haut de la bouteille, forçant le régénérant à sortir dans la ligne de régénération placée au bas de la bouteille et sortant vers le suppresseur

En mode DCR pour l'analyse des cations (voir Figure 2-9), l'éluant est plus dense que le régénérant et il circule vers le bas de la bouteille, ceci déplace le régénérant forçant lé régénérant à sortir dans la ligne de régénération placée en haut de la bouteille et sortant vers le suppresseur

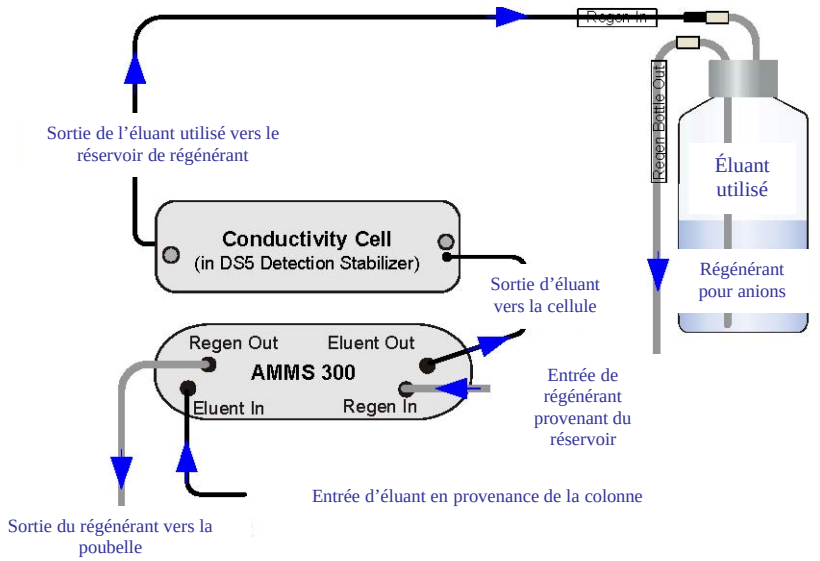


Figure 2-8 DCR pour l'ICS-900 en mode anion

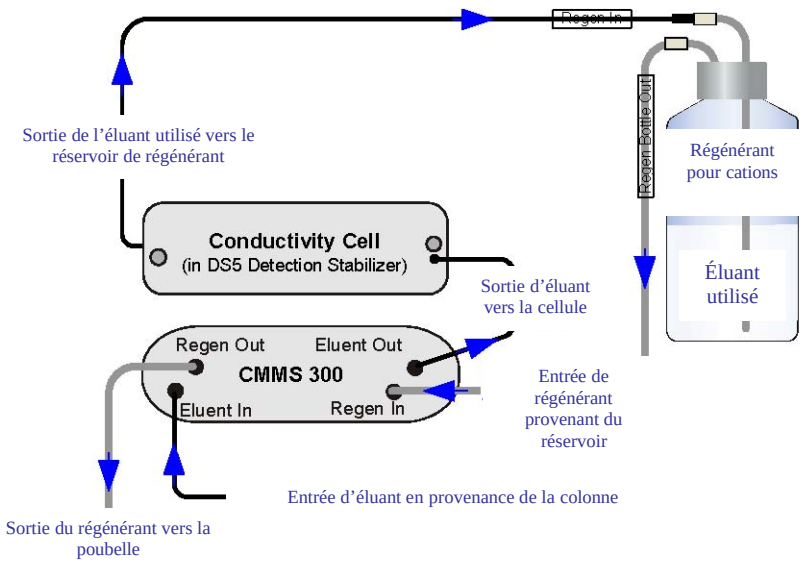


Figure 2-8 DCR pour l'ICS-900 en mode cation

Les connections à la bouteille de régénérant diffèrent en fonction du type d'application Anions ou Cations qui fonctionnera sur le système. Les bouteilles de régénérant pour chaque type d'application sont disponibles (anion regenerant bottle assembly, P/N 068222; cation regenerant bottle assembly, P/N 068223). Pour plus d'informations sur l'installation, se référer aux *Instructions d'Installation du kit DCR* (Document No. 031664), fournit sur le CDROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

2.3.6 Cellule de conductivité et stabilisateur de detection DS5

La cellule de conductivité thermostatée contient 2 électrodes en acier inox 316 qui sont fixées de façon permanente dans le corps de cellule en PEEK. La cellule mesure la conductance électrique des ions analysés lorsqu'ils passent au travers de la cellule.

La température affecte directement la conductivité de la solution. Par exemple, les systèmes de chauffage ou de climatisation des laboratoires peuvent entraîner une légère perturbation cyclique de la ligne de base. Ceci, en fonctionnement, peut altérer la reproductibilité de l'analyse. Plus la conductivité est élevée et plus cet effet est prononcé.

En analyse ionique, l'effet de variation de température est minimisé par la suppression de la conductivité de l'éluant. La compensation de température préréglée assure l'absence de changement majeur pour la ligne de base ou la hauteur des pics.

Le chauffage direct est utilisé dans la cellule de conductivité de l'ICS-900 pour fournir un contrôle et une compensation en température. Un échangeur de chaleur situé dans la cellule de l'ICS-900 régule la température. Toutes les données sont collectées à 40°C (104°F)

La cellule est enfermée dans un stabilisateur de détection DS5 (P/N 067761) (voir Figure 2-10), qui isole la cellule des fluctuations de la température ambiante.

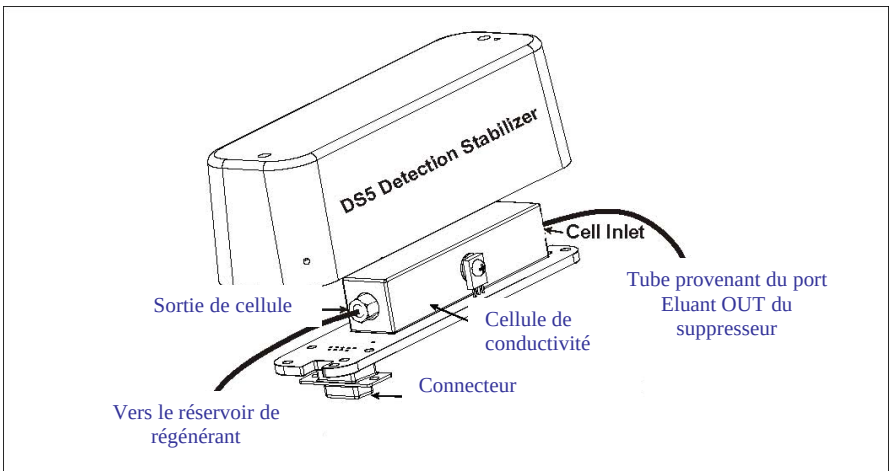


Figure 2-10 Cellule de conductivité et stabilisateur de détection DS5

La cellule de détection possède une plage de détection limitée de 0 à 500 µS ou de 0 à 10,000 µS. La sélection de la gamme dépend des résultats attendus pour l'application. Par défaut, la gamme est de 0 à 500 µS, elle est appropriée pour de nombreuses applications. Les limites de détection sont paramétrées dans la boite de dialogue « Properties » du programme Server Configuration de Chromeleon. Pour plus de détails, se referrer aux *Instruction d'installation d'un Système de Chromatographie ionique ICS-900* (Document No. 065214), fournit sur le CDROM Dionex Reference Library (P/N 053891) et dans le kit ICS-900 (P/N 067768).

2.4 Le logiciel Chromeleon et Chromeleon Xpress

L'ICS-900 est contrôlé par un PC configure avec le système de gestion chromatographique Chromeleon ou Chromeleon Xpress. Le système de gestion chromatographique Chromeleon fournit un contrôle complet de l'instrument, de l'acquisition des données et de la gestion des données. Chromeleon Xpress fournit un contrôle en temps réel et un suivi visuel des instruments de chromatographie Dionex, mais n'inclue pas la gestion des données.

2.4.1 le panneau Tabset

Les "*panel tabset* " de Chromeleon and Chromeleon Xpress permettent de centraliser les fonctions pour le contrôle du système. Un « panel tabset » pour le système ICS-900 inclus typiquement les panneaux de contrôle suivants :

- Un panneau de contrôle ICS-900 (voir Figure 2-11) fournit l'accès aux fonctions de l'ICS-900. Le nom de ce tableau de contrôle est le nom de la base de temps dans laquelle l'ICS-900 est configuré.

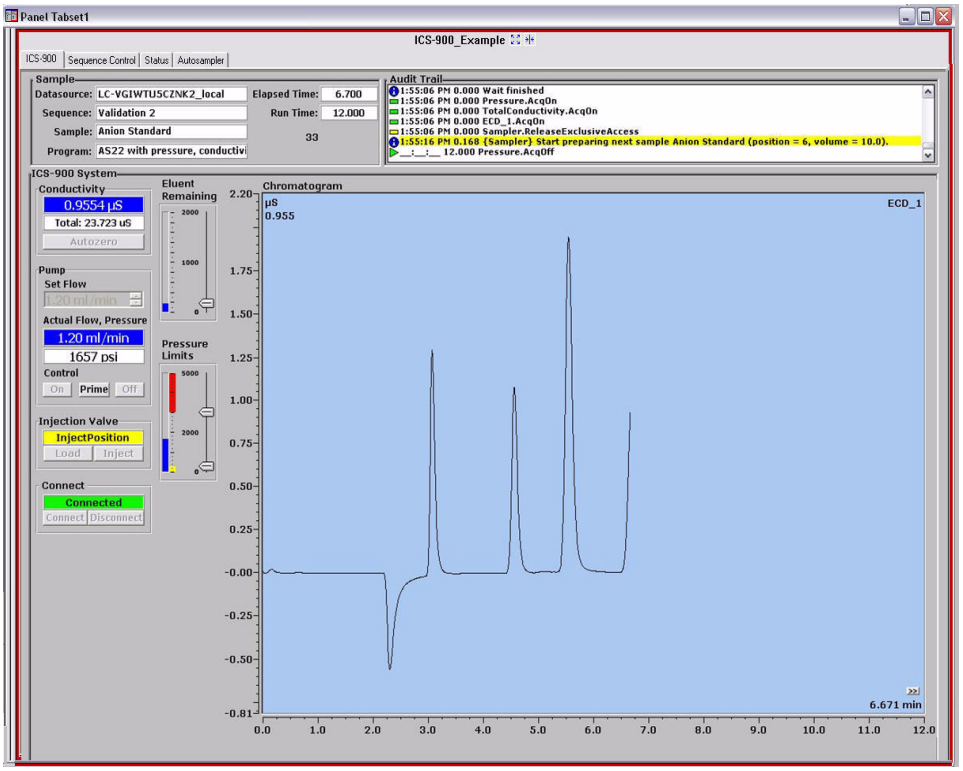


Figure 2-11.panneau de contrôle de l'ICS-900

- Un panneau de **contrôle de séquence** (*sequence control*) qui vous permet de définir et lancer vos séquences (groupes d'échantillons à analyser dans l'ordre dans lequel ils sont listés)
- Un panneau **statut** (*status*) qui montre l'état de l'ensemble du système
- Un panneau **injecteur automatique** (*Autosampler*) inclus seulement dans le cas où l'ICS-900 est connecté à un injecteur automatique AS, fournit l'accès aux fonctions de l'AS.

Pour ouvrir un "*panel tabset*", utiliser une des méthodes décrites ci-dessous :

1 – si le Chromeleon est installé, démarrer le Chromeleon et cliquer sur le bouton « *Default Panel Tabset* »

2 – ou sélectionner **View>Default Panel Tabset**.

Si le Chromeleon Xpress est installé, démarrer l'application, ceci fait apparaître automatiquement le « *panel tabset* » ICS-900.

2.4.2 Modes de contrôle logiciel

Deux modes de contrôle logiciel sont disponibles : le contrôle direct ou le contrôle via un programme.

- Avec le control direct, vous sélectionnez les paramètres et les commandes depuis les panneaux de contrôle. Voir la Section 3.11.2 pour les détails sur le contrôle direct.
- Avec le contrôle via le programme, vous créez une liste de commandes de contrôle qui sont exécutées dans un ordre chronologique. Les programmes peuvent être créer automatiquement (avec l'aide de l'assistant logiciel). Voir la Section 3.11.3 pour les détails sur le contrôle programmé.

2.4.3 Le système Wellness et la prédiction de Performance

Le système « Wellness » assure le suivi de « santé » de tout le système chromatographique. Il fournit un diagnostique intégré et les calibrations à venir ce qui aide à prévenir les pannes imprévues et assure la fiabilité d'opération du système. Pour plus de détails sur le système « Wellness » voir la Section 5.1.

La prédiction de performance fournit des fonctions pour assurer le suivi des pieces d'usure et planifier les procédures de maintenance. La prédiction de performance vous permets de suivre les fonctions suivantes :

- Le nombre d'heures d'utilisation de l'ICS-900
- Le nombre de cycles d'injection de la vanne
- Le nombre de cycles assurés par les pistons de la pompe
- L'estimation de l'usure du joint de piston
- Le volume de l'éluant pompé au travers du suppresseur et de la colonne

Vous pouvez paramétrer les limites pour les cycles d'injection de la vanne, les mouvements des pistons, l'usure du joint de piston, l'utilisation du suppresseur et l'utilisation de la colonne. Quand la première limite est atteinte, un message d'alerte est affiché dans l'Audit trail du Chromeleon et du Chromeleon Xpress. Quand la seconde limite est atteinte, un message d'erreur est affiché dans l'Audit Trail. Après le remplacement de la pièce, remettez les compteurs à zéro.

Différentes applications entraînent des taux d'usures différentes des consommables de votre instrument. L'expérience vous aidera à déterminer les limites appropriées pour paramétrer la date de la prochaine maintenance.

Les paramètres et les commandes de prédiction de performance sont disponibles dans la boite de dialogue « Commands » dans le Chromeleon et le Chromeleon Xpress. Pour ouvrir cette boite de dialogue, appuyer sur F8. Etendre la liste des commandes sous **Pump_ECD** et dérouler jusqu'aux commandes de performance.

(Pour les autres fonctions comme **InjectValveCycles, PumpPistonStrokes, SealWear, SuppressorVolume, ColumnVolume**, voir Figure 2-12).

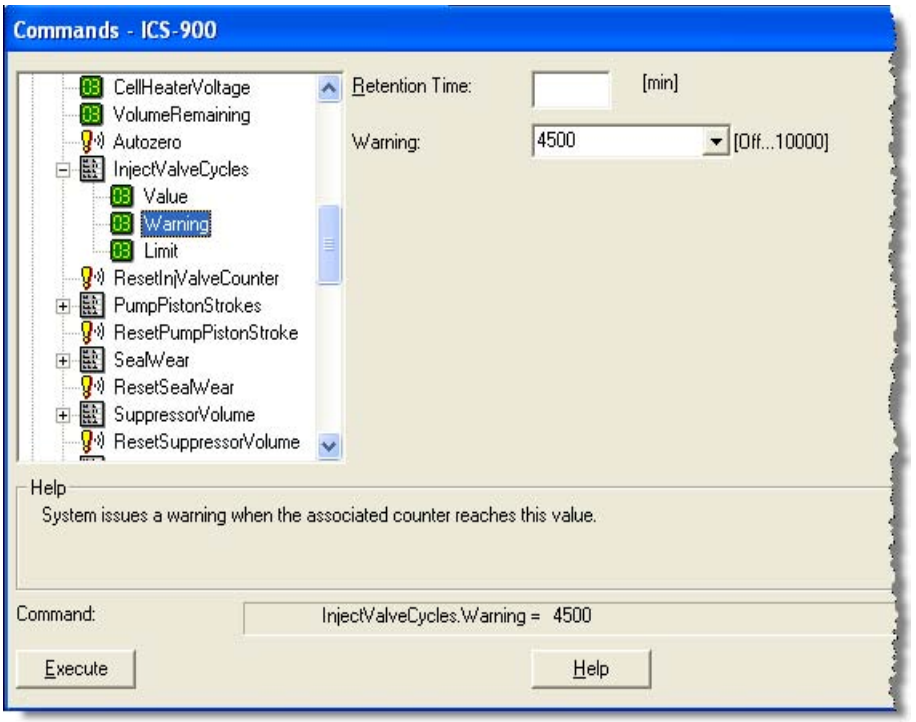


Figure 2-12. Boite de dialogue « commands »

Si vous ne voulez pas recevoir ces messages d'erreurs ou d'alertes, vous pouvez les désactiver en paramétrant les limites et alertes pour chaque fonction de Prédiction de Performance sur **OFF**

3 • Utilisation et Maintenance

Ce chapitre décrit l'utilisation en routine et les procédures de maintenance de système de chromatographie ICS-900.

3.1 Vue d'ensemble de l'utilisation

Figure 3-1 illustre les étapes de base pour une utilisation en routine de l'ICS-900.

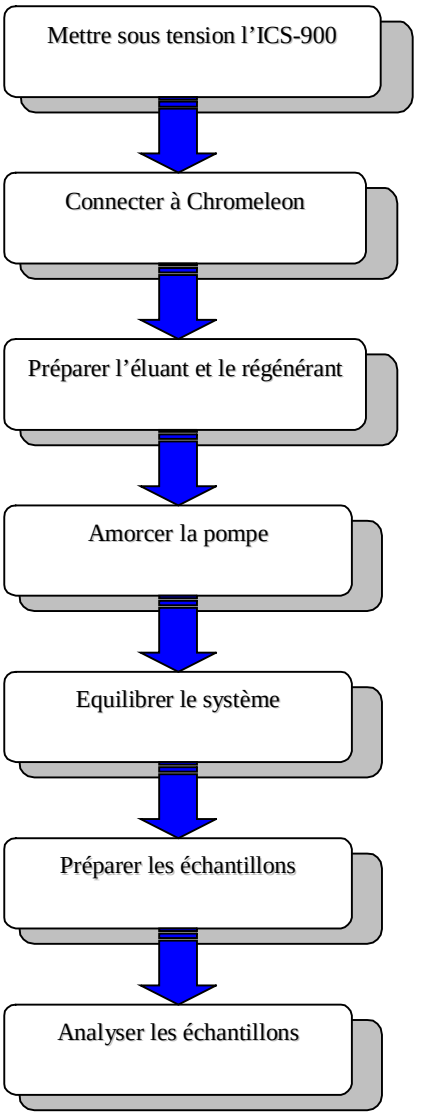


Figure 3-1 Utilisation de l'ICS-900

3.2 Mettre sous tension l'ICS-900

Presser l'interrupteur sur ON sur le panneau arrière (voir Figure 2-3) pour allumer le système. Le système est dans ces conditions au démarrage :

- La pompe est éteinte
- La vanne d'injection est en position LOAD
- Le détecteur de conductivité débute la mesure et l'affichage de la conductivité.

3.3 Connecter au Chromeleon ou au Chromeleon Xpress

1. Allumer le PC
2. Démarrer le **Chromeleon Server**, s'il n'est pas déjà démarrer.

   a. Contrôler l'icône du Chromeleon Server Monitor sur la barre de tâche de Windows

   - Quand le serveur tourne, l'icône est grise .

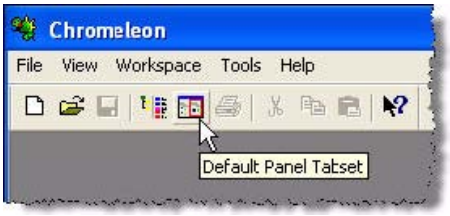
   Quand le serveur ne tourne pas, l'icône est barrée d'une croix rouge

   . Pour démarrer le serveur, clic droit sur l'icône et sélectionner **Start server**

   b. Si l'icône du Server Monitor n'est pas dans la barre de tâche, cliquer sur **Démarrer** et sélectionner **Programmes > Chromeleon > Server Monitor**. Le Server Monitor s'ouvre. Cliquer sur **Start** pour démarrer le serveur.

3. Pour démarrer le Chromeleon client, Cliquer sur **Start** et sélectionner **Programs > Chromeleon > Chromeleon**.

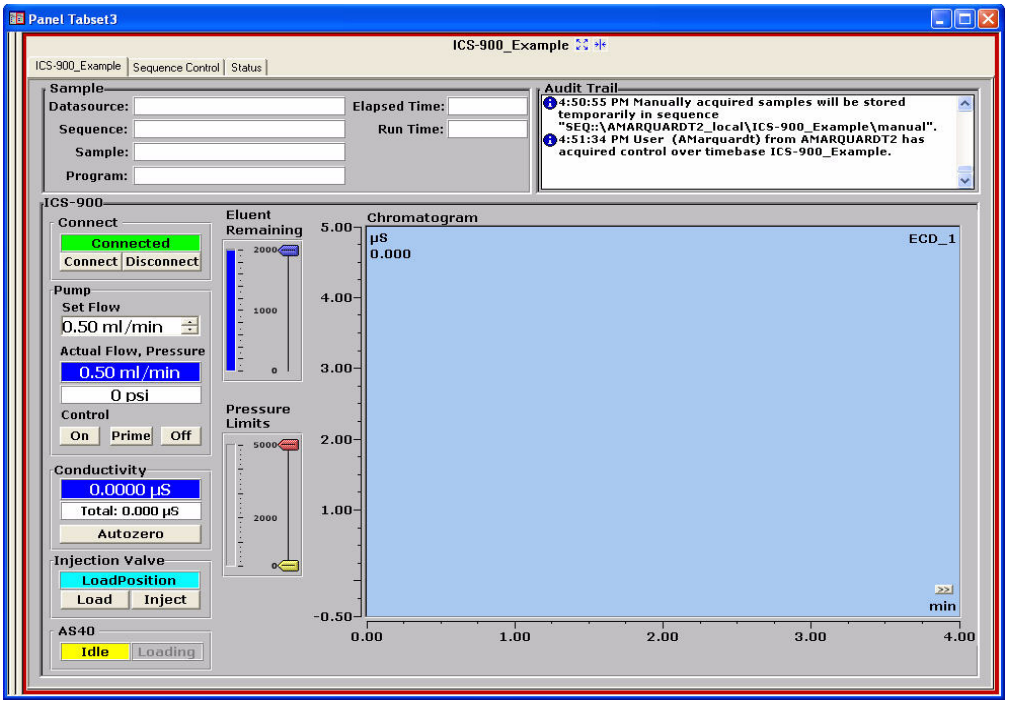
4. Si le Chromeleon est installé, afficher le "panel tabset" **View > Default Panel Tabset** ou en cliquant sur le bouton **Default Panel Tabset** de la barre d'outils.



Si le Chromeleon Xpress est installé, démarrer l'application et le "panel tabset" s'affiche automatiquement.

5. Pour afficher le panneau de contrôle ICS-900, sélectionner le panneau avec le nom de la base de temps contenant l'ICS-900 (voir Figure 3-2).

Figure 3-2. ICS-900 Control Panel on Panel Tabset



3.4 Préparation de l’éluant

1 Préparer l’éluant. Pour les instructions se référer au manuel de la colonne. Les manuels des colonnes sont disponibles dans le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

2 Remplissez la bouteille d’éluant avec l’éluant, insérer le tubing dans la bouteille et visser le bouchon à la main.

Ajuster le niveau de l’éluant.

Après le remplissage de la bouteille, bouger le curseur **Eluent Remaining** du panneau de contrôle de l’ICS-900 (voir Figure 3-3) pour indiquer le volume de liquide dans la bouteille

L’ICS-900 détermine l’utilisation de l’éluant en indiquant la durée d’utilisation de la pompe en fonction du debit. Comme l’éluant est utilisé, l’ICS-900 met à jour le curseur **Eluent Remaining** et la jauge. Une alerte apparaît dans l’Audit Trail quand le niveau tombe en dessous de 200 mL et un autre quand le niveau tombe en dessous de 100 mL.

IMPORTANT! **Pour que le niveau d'éluant soit précis, vous devez ajuster le niveau chaque fois que la bouteille est remplie.**

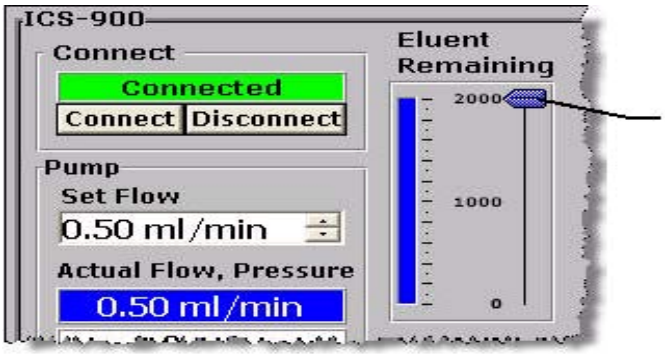


Figure 3- 3 Ajustement du niveau d'éluant

Après remplissage de la bouteille d'éluant, bouger le curseur pour indiquer le volime de liquide present dans la bouteille (Note : le curseur de l'éluant restant et la jauge sont mis à jour en function de l'utilisation d'éluant).

3.5 Préparation du Régénérant

Le type d'éluant utilisé avecl'ICS-900 dépend du type d'analyse mise en œuvre. Un régénérant à base d'acide sulfurique dilué est utilise pour l'analyse des anions ; Un régénérant à base de tetrabutylammonium hydroxide (TBAOH) est utilisé pour l'analyse des cations. Suivre les instructions ci-dessous pour préparer les régénérants anions et cations.

Utiliser une eau filtrée et désionisée ASTM Type I (18 mégohm-cm) pour préparer le régénérant .

1. Vérifier que vous avez la bouteille de régénérant adaptée à votre analyse (P/N 068222 for anion analyses; P/N 068223 for cation analyses):

- Pour les anions, vérifier que le bouchon est étiqueté **ANION** et que le tube **REGEN BOTTLE OUT** plonge au fond de la bouteille.
- Pour les cations, vérifier que le bouchon est étiqueté **CATION** et que le tube **REGEN BOTTLE OUT** dépasse seulement d'1 cm (0.4 in) dans la bouteille

3 Rincer la bouteille de régénérant ave de l'eau désionisée
4 Remplir la bouteille de régénérant à moitié avec de l'eau désionisée

4. Déterminer la concentration du régénérant nécessaire pour votre application. Pour estimer la concentration du régénérant nécessaire pour une force éluante donnée, utiliser la formule suivante: **Concentration Regenerant Anions = (mM eluent) x 2 ou Concentration Regenerant Cations = (mM eluent) x 5**

Pour exemple, si vous utilisez 20 mM methanesulfonic acid (MSA) comme éluant pour l'analyse de cations, utilisez un régénérant tetrabutylammonium hydroxide (TBAOH) de concentration 100 mM.

Pour des details additionnels, se référer aux instructions d'installation du kit de régénération chimique par déplacement (DCR) et au manuel du suppresseur.

5. Vider le volume de concentre adéquate dans la bouteille (acide sulfurique pour les anions; TBAOH pour les cations).

For acid concentrates (such as the anion regenerant), always pour the concentrate into deionized water, not into the empty bottle.

Pour les concentrés acides (comme le régénérant anionique), versez toujours le concentré dans de l'eau désionisée et non dans le réservoir vide.

Gießen Sie säurehaltige Konzentrate (beispielsweise den Anionregenerenten) das Konzentrat immer in entionisiertes Wasser und nicht in den leeren Behälter.

6. Remplisser la bouteille presque jusqu'en haut avec de l'eau désionisée et ensuite placer la bouteille dans le logement sur le dessus de l'ICS-900

NOTE Pour éviter de colorer l'ICS-900, attention de ne pas renverser du TBAOH sur l'instrument.

7. En utilisant la bouteille de concentré, verser de l'eau désionisée dans la bouteille jusqu'à ce qu'elle soit totalement remplie.

La bouteille de régénérant doit être totalement remplie tout le temps

MPORTANT

8. Insérer le tubing dans la bouteille et visser le bouchon manuellement.

9. Renverser la bouteille 3 ou 4 fois afin de mélanger le concentré.

MPORTANT **Après le début de l'analyse, ne pas mélanger le contenu de la bouteille de régénérant**

10. Vérifier que les lignes fluidiques des bouteilles **ELUENT** et **REGEN** sont connectées aux lignes correspondantes de l'ICS-9000 (voir Figure 3-4).

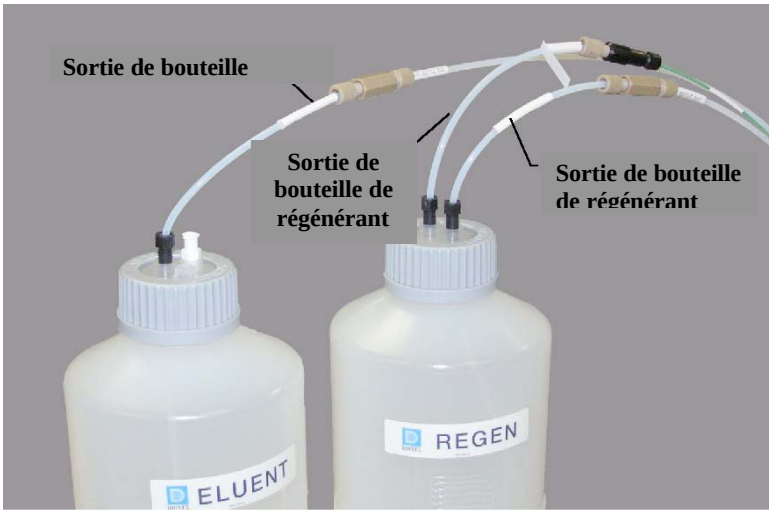


Figure 3-4 Connections des circuits fluidiques des bouteilles d'éluant et de régénérant

3.6 Amorcer la pompe

Amorcer la pompe si l'éluant a été changé, si la ligne d'éluant contient de l'air ou si les têtes de pompe sont sèches (par exemple après une maintenance).

NOTE Si la ligne d'éluant est vide or si les têtes de pompes sont sèches, vous pouvez utilise rune seringue de 10 ml (P/N 054578) pour amorcer la pompe (voir page 40).

1 Vérifier que les bouteilles **ELUENT** and **REGEN** soient pleines, les bouchons installés et vissés, et que les lignes fluidiques sont connectées aux bouteilles.
2 Vérifier que le tube "poubelle" est directement relié à un container "poubelle"

1 Ouvrir la vanne de purge sur la tête de pompe secondaire (gauche) en tournant la vis dans le sens anti-horaire (voir Figure 3-5L'ouverture de cette vanne oriente le flux vers la poubelle et élimine la contre-pression.
2 Cliquer sur **Prime** sur le panneau de contrôle de l'ICS-900 (voir Figure 3-2), ou ouvrir la boite de dialogue Commands (en pressant **F8**), s2lectionner la commande **Pump**, et sélectionner l'option **Prime**. La pompe commence ra a pomper à un débit approximatif de 3ml/min
3 Continuer la purge de l'ICS-900 jusqu'à ce qu'aucune bulle d'air ne soit présente dans la tubulure.
4 Cliquer sur **Pump Off**.
5 Fermer la vanne de purge. **Ne pas serrer trop fort.** La pompe est maintenant prête à être utilisée.

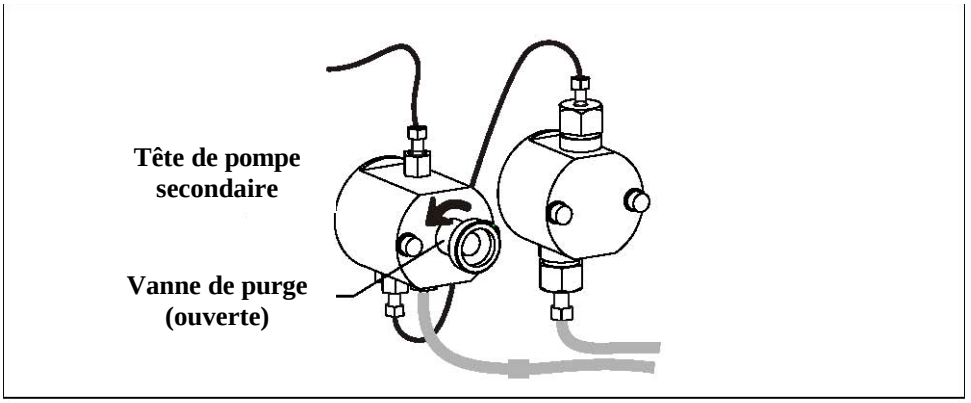


Figure 3-5 Amorcer la pompe

NOTE Un bon moyen de vérifier que la vanne de purge est fermée est de sélectionner le débit de votre application, mettre en route la pompe et de fermer la vanne. La pression doit augmenter jusqu'à la valeur habituelle d'utilisation et se stabiliser rapidement.

Amorcer la ligne avec une seringue (facultatif)

1 Une seringue peut être utilisée pour faciliter l'amorçage quand la ligne d'éluant est vide ou que les têtes de pompe sont totalement sèches
2 Déconnecter la ligne de purge de l'embout Luer sur la seconde tête de pompe et connecter une seringue de 10 ml (P/N 054578) à l'embout Luer (voir Figure 3-6).
3 Ouvrer la vanne de purge en la tournant d'un demi tour dans le sens anti-horaire
4 Aspirer à l'aide du piston les bulles d'air restantes dans le système

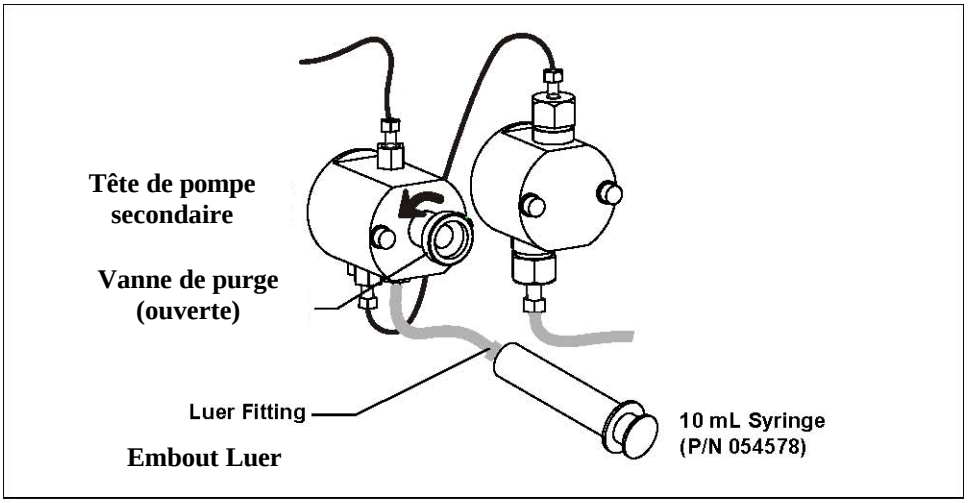


Figure 3-6 Amorcer la ligne d'éluant à l'aide de la seringue

NOTE Quand la tubulure contient encore du liquide, l'aspiration avec la seringue est plus difficile. En ce cas purger uniquement avec la commande Prime (voir Section 3.6).

1 Quand une petite quantité de liquide entre dans la seringue, enlever la seringue du connecteur Luer et reconnecter le tube "poubelle" à l'embout Luer.
2 Suivre les instructions de la Section 3.6 pour terminer la purge.

3.7 Equilibrer le Systeme

1. Allumer la pompe et lancer à un débit adéquate pour la colonne

2. Laisser le système s'équilibrer. Le panneau de contrôle de l'ICS-900 affiche la conductivité résiduelle (la conductivité de l'éluant sans remise à zéro effectuée par la commande "Autozéro"

3. Remettre à zéro la valeur de conductivité en cliquant sur le bouton **Autozero** de l'ICS-900.

4. Suivre la pression du système pour être sûr que la pression correspond à la pression de travail de la colonne installée (se référer au manuel de la colonne pour plus de détails) et qu'elle est stable.
Le manuel de la colonne fourni les pressions de travail habituelles de la colonne sans inclure la colonne de garde. Attendre que la pression de l'ICS-900 (avec la colonne de garde) soit de 15 à 20 % supérieure à la spécification du manuel de la colonne.
   - Si la pression est inférieure à celle attendue, de l'air peut être emprisonné dans le système. Evacuer l'air en enlevant temporairement le fitting correspondent à la pompe sur la vanne d'injection. Attendre que l'air s'échappe et reconnecter le fitting.
   - Si la pression est trop élevée, il y a probablement un bouchage dans le système. Se référer à la section Section 4.7 pour des informations sur le dépannage.

5. • Vérifier l'absence de fuite au niveau de la bouteille de régénérant

6. Vérifier que le liquide sort bien du suppresseur par la sortie **REGEN OUT** .

7. Suivre la conductivité en ligne de base. En général elle doit être <30 µS pour un système configure pour l'analyses des anions, et <2 µS pour un système configuré pour l'analyse des cations. Le temps au bout duquel le système est à l'équilibre est variable pour atteindre les valeurs attendues.

Si la conductivité est trop élevée, voir la Section 4.12 les informations concernant le dépannage. Si la ligne de base dérive où présente un bruit de fond trop important), voir Section 4.13.

3.8 Verification de l'état opérationnel

Une fois que le système est équilibré, verifier la pression de la pompe et sa stabilité en suivant à l'afficahge la pression de celle-ci. Enregistrer sur un temps court les fluctuations e pression ; elles doivent être inférieure à 0,13 MPa (20 psi). Si la pression fluctue au-delà de cette valeur, purger la pompe (voir la Section 3.6).

3.9 Configuration du mode veille

Vous pouvez configurer l'ICS-900 en activant le mode veille après une période d'inactivité (une période durant laquelle il n'y a pas de collection de données, ni de commande via le Chromeleon ou le Chromeleon Xpress). En mode veille, la pompe présente un débit réduit.

Pour configurer le mode veille:

1 Démarrer le programme Chromeleon Server Configuration (cliquer sur **Start** dans la barre de tâche windows, sélectionner **Tous les programmes** (ou **Programmes**) **> Chromeleon > Server Configuration**).
2 Clic droit sur le module ICS-900 dans la timebase et sélectionner **Properties**.
3 Cliquer sur **Options** (voir Figure 3-7).
4 Entrer le débit en mode veille (**Standby Flow Rate)** et sélectionner la durée de la période d'inactivité (**Inactivity Time Out Period)**. Si vous sélectionner (**0, Off**), l'ICS-900 ne passé pas en mode veille quand il ne fonctionne pas.

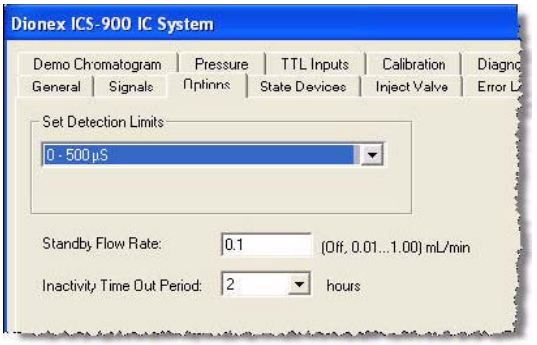


Figure 3-7. ICS-900 Properties Dialog Box: Options Tab Page

Pour éliminer le mode veille et retourner à un débit normal, allumer la pompe depuis le panneau de contrôle de l'ICS900 ou démarrer une nouvelle séquence.

3.10 Préparation des échantillons

NOTE La préparation des échantillons peut être effectuée pendant le système s'équilibre.

3.10.1 Collecte et stockage

Collecter les échantillons dans des contenants en polyéthylène haute densité qui peuvent être au préalable rincés avec de l'eau filtrée et désionisée (18 megaohm-cm) Ne pas nettoyer avec des acides forts ou des détergents parce qu'ils peuvent laisser des traces d'ions sur les parois du contenant. Ces ions peuvent interférer avec l'analyse.

Si les échantillons ne peuvent pas être analyses le jour même de la collecte, filtrer les sur un filter 0.45 µm immédiatement après la collecte; autrement, les bactéries de l'échantillon peuvent modifier les concentrations ioniques au cours du temps. Placer les échantillons au réfrigérateur 4 °C (39 °F) peut limiter mais pas éliminer le développement bactérien.

Les échantillons à analyser contenant des nitrites ou des sulfites doivent être analysés le plus rapidement possible. Les nitrites s'oxydent en nitrates et les sulfites en sulfates, augmentant ainsi la concentration de ces ions ans l'échantillon. En général, les échantillons qui ne contiennent pas de nitrite ni de sulfite peuvent être conservés au réfrigérateur au moins une semaine sans modifications significatives de la concentration en anions.

3.10.2 Prétraitement

L'analyse des eaux de pluie, eaux de boissons, et des aérosols s'effectue sans prétraitement, directement après filtration ou éventuellement après dilution.

Les eaux des sols, les eaux souillées, doivent être filtrées sur des filtres 0.45 µm avant injection, à moins que les échantillons n'aient été filtrés après collecte.

Un filtre en ligne haute pression Dionex (P/N 044105) est disponible pour éliminer les particules jusqu'à 0.45 micron de l'échantillon. Connecter le filtre en ligne entre le passeur automatique le port d'injection sur la vanne d'injection. Pour plus de détails, voir la notice d'installation du filtre en ligne.

Avant injection, prétraiter les échantillons qi contiennent une forte concentrations de substances interférentes en les passant sur une cartouche Dionex OnGuard™

Pour les instructions, se référer au *guide d'installation pour les cartouches Onguard* (Document No. 032943). Le manuel est disponible sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

3.10.3 Dilution

Parce que la concentration des espèces ioniques dans un échantillon peut varier d'un échantillon à un autre, un seul facteur de dilution ne peut être recommandé pour tous les échantillons du même type. Dans certains cas, (par exemple dans les eaux de boissons) les concentrations sont si faibles qu'aucune dilution n'est nécessaire.

Utiliser l'éluant or de l'eau filtrée désionisée (18 megohm-cm) pour diluer l'échantillon. Quand vous utilisez des éluants carbonates, la dilution avec l'éluant minimise le pic négative de l'eau au début du chromatogramme. Si vous diluez l'échantillon avec l'éluant alors n'utiliser l'éluant provenant du même lot pour préparer la calibration des standards..Ceci est très important pour les fluorures et les chlorures qui sont élués à proximité du pic négatif de l'eau.

Pour améliorer la précision de la quantification des pics élués rapidement, comme les fluorures à des concentrations inférieures à 50 ppb, diluer les standards dans l'éluant ou mixer l'échantillon avec l'éluant concentré. Par exemple, mixer 100 mL d'échantillon avec 1.0 mL d'éluant concentré 100 X.

3.11 Le traitement des échantillons

3.11.1 Vue d'ensemble

Les échantillons peuvent être analysés manuellement (un à la fois) ou ils peuvent être groupés pour être analysé automatiquement. La Figure 3-8 montre les étapes typiques pour l'analyse manuelle ou par lots d'échantillons.

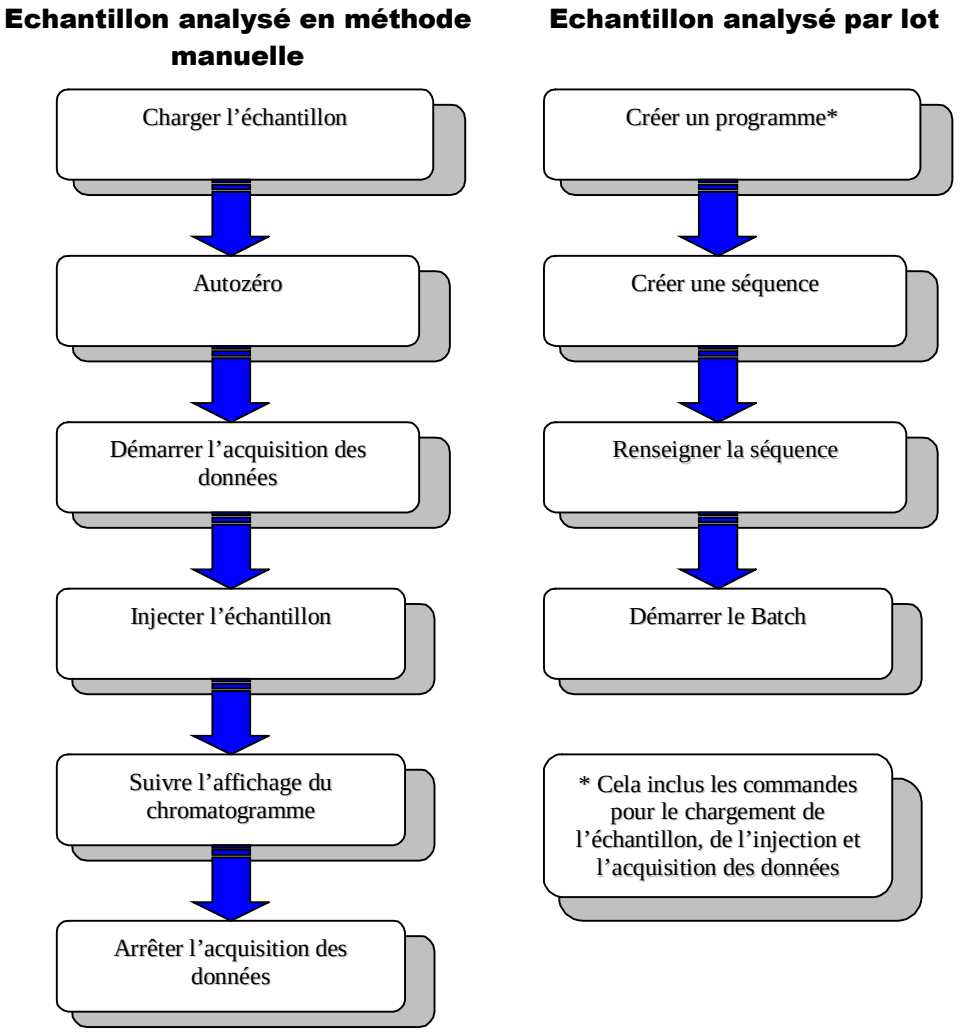

Echantillon analysé en méthode manuelle
Charger l'échantillon
Autozéro
Démarrer l'acquisition des données
Injecter l'échantillon
Suivre l'affichage du chromatogramme
Arrêter l'acquisition des données
Echantillon analysé par lot
Créer un programme*
Créer une séquence
Renseigner la séquence
Démarrer le Batch
* Cela inclus les commandes pour le chargement de l'échantillon, de l'injection et l'acquisition des données

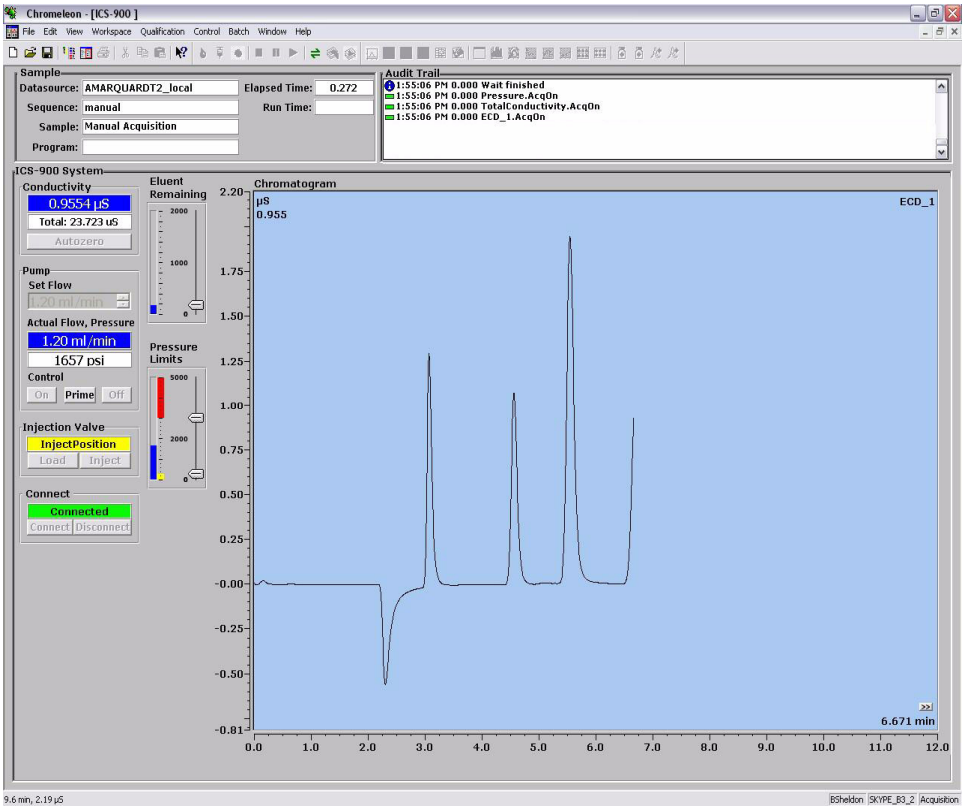
Figure 3-8 Vue d'ensemble du processus d'analyse des échantillons

3.11.2 Echantillons analysés manuellement

Pour traiter manuellement un échantillon, sélectionner les paramètres opératoires et les commandes depuis le panneau de contrôle de Chromeleon ou du Chromeleon Xpress. Les commandes sont exécutées dès que qu'elles sont validées.

Résumé du traitement manuel d'un échantillon.

1 Suivre les instructions depuis la Section 3.2 jusqu'à la Section 3.10 pour préparer l'ICS-900 à analyser les échantillons..
2 Charger l'échantillon dans la boucle d'injection de la vanne d'injection avec le passeur automatique (voir Section 3.11.4) ou une seringue (voir Section 3.11.5).
3 On the ICS-900 Control panel, click the **Autozero** button.
4 Sur le panneau de contrôle de la sequence, cliquer sur le bouton **Acq On** (ou cliquer sur le bouton **Acquisition On/Off** dans la barre d'outils du Chromeleon).
5 Basculer la vanne d'injection sur la position inject. La méthode utilisée pour basculer la vanne d'injection dépend de l'utilisation d'un passeur (voir Section 3.11.4) ou une seringue (voir Section 3.11.5).
6 Le trace du signal est affiché sur le panneau de contrôle de l'ICS-900 (voir Figure 3-9). Suivre l'affichage du chromatogramme et lorsque les données sont collectées, Cliquer sur le bouton **Acq Off** du panneau **Sequence Control** (ou cliquer sur le bouton **Acquisition On/Off** dans la barre d'outils du Chromeleon).



Sauvegarder manuellement les données

NOTE Chromeleon Xpress does not allow data to be saved.

Si vous utilisez Chromeleon, les données provenant d'une acquisition manuelle sont sauvegardées dans une séquence nommée **manual** dans le répertoire correspondant à la base de temps dans la **datasource** locale.

Pour sauvegarder les données provenant d'une acquisition manuelle:

1. Sélectionner le répertoire **manual** et sélectionner File>**Save As**.

2. Entrer le nom de la nouvelle séquence.

3. Sélectionner **Save raw data** dans la boite de dialogue .

4. Cliquer sur **Save**

.

3.11.3 Echantillons traités automatiquement (traitement par lot)

Vous pouvez utiliser Chromeleon ou Chromeleon Xpress pour créer une liste d'échantillons (une séquence) tà analyser automatiquement. Pour chaque échantillon la séquence comporte les éléments suivants :

- Un programme avec des commandes et des paramètres pour contrôler l'ICS-900 et la passeur automatique (s'il est installé), et pour acquérir les données correspondant à l'échantillon.
- Une méthode de quantification pour l'identification des pics et la détermination de leur aire. La méthode de quantification n'est pas incluse dans le Chromeleon Xpress.
- Des paramètres additionnels de retraitement des échantillons (nom de l'échantillon, type d'échantillon, volume d'injection, etc…)

Après avoir créé la séquence, vous pouvez démarrer le traitement du lot.

Résumé du traitement automatique des échantillons

1 Suivre les instructions depuis la Section 3.2 jusqu'à la Section 3.10 pour préparer l'ICS-900 à analyser les échantillons..
2 Si un injecteur automatique est installé, préparer et remplir les flacons d'échantillon et les placer sur le portoir le passeur automatique. Se référer au manuel du passeur pour obtenir les instructions détaillées. Les manuels des différents injecteurs automatique sont disponible sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).
3 Si aucun injecteur automatique n'est installé, chargé l'échantillon dans la boucle d'injection via le port d'injection sur la face avant de la porte de l'ICS-900 (voir la Section 3.11.5).
4 Utiliser l'assistant pour générer le programme, la méthode de quantification et créer la séquence.

a. Sur le panneau **Sequence Control** , cliquer sur **Application Wizard**.

b. Sélectionner un format d'application dans la liste (voir la Figure 3-10).

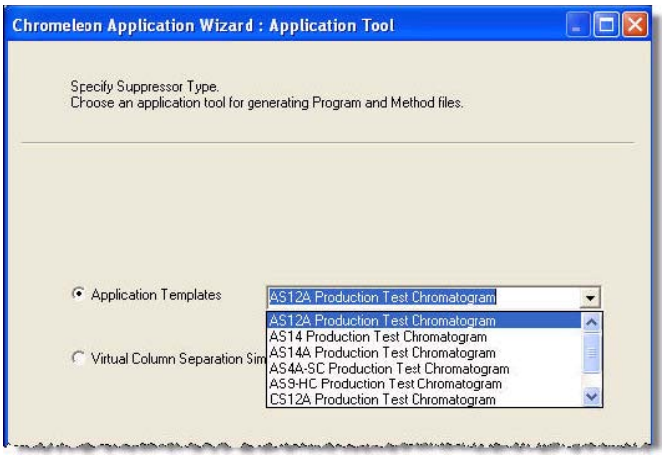

Chromeleon Application Wizard : Application Tool
Specify Suppressor Type.
Choose an application tool for generating Program and Method files.
Application Templates
AS12A Production Test Chromatogram
Virtual Column Separation Sim
AS12A Production Test Chromatogram
AS14 Production Test Chromatogram
AS14A Production Test Chromatogram
AS4A-SC Production Test Chromatogram
AS9-HC Production Test Chromatogram
CS12A Production Test Chromatogram

Figure 3-10. Assistant Application

c. Cliquer sur **Next>** et sélectionner dans une nouvelle séquence **via Sequence Wizard** option.

d. Click **Next>** pour aller dans l'assistant Séquence.

e. Compléter les étapes dans l'assistant séquence, en ajoutant le nombre désiré d'échantillons et de standards dans la liste. Pour l'aide, cliquer sur le bouton **Help** sur la page de l'assistant Séquence.

Après vous cliquer sur **Finish**, une séquence est créée et un programme approprié pour l'application sélectionné est copié dans la séquence. Si vous utilisez Chroméléon, une méthode de quantification est également copiée dans la séquence.

5. Charger la séquence et démarrer le traitement du lot d'échantillon:

- Sur le panneau **Sequence Control**, cliquer sur **Load Sequence**.
- Sélectionner la sequence créée à l'étape 4 et cliquer sur **Open**.
- Cliquer sur **Start Batch**.

3.11.4 Charger et injecter des échantillons avec un passeur automatique

1. Vérifier que le tube de sortie de l'injecteur est bien connecté au port **S (5)** sur la vanne d'injection.

Pour les détails de connections d'un passeur automatique, se référer au manuel d'installations : *ICS-900 Installation Instructions* (Document No. 065214). Ce manuel est disponible sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891) et dans l'ICS-900 Ship Kit (P/N 067768).

2. Préparer et remplisser les flacons d'échantillons et placer les sur le portoir du passeur automatique. Se référer au manuel de l'injecteur automatique pour des instructions détaillées. Les manuels des passeurs sont disponibles sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

3. Utiliser une des méthodes suivantes pour charger l'échantillon dans la boucle de la vanne d'injection et l'injecter sur la colonne:

- Automatiquement : Introduire les commandes Load et Inject dan le programme Chromeleon ou Chromeleon Xpress. Voir les exemples dans les Sections 3.11.6.et 3.11.3 pour les détails concernant le traitement automatique des échantillons.
- Manuellement avec un AS40 : Démarrer le cycle de chargement (manuellement ou avec un relai). Quand le cycle de chargement de l'AS40 est terminé cliquer sur le bouton Inject sur le panneau de contrôle de l'ICS-900 (voir Figure 3-11). Voir la Section 3.11.2 pour les détails du traitement manuel des échantillons.
- Manuellement avec un AS : Cliquer sur l'icône **Inject** sur la barre d'outils de Chromeleon ou sélectionner **Control>Inject**. Dans la boite de dialogue **Inject**, entrer la **Position** et le**Volume** and cliquer sur **OK**.

Figure 3-11. Boutons Load and Inject du panneau de contrôle ICS-900

Notes sur le paramétrage des passeurs automatiques.

Suivre les étapes ci-dessous pour vérifier que la vanne d'injection de l'ICS-900 est contrôler par le bon module.

1. Ouvrir le programme Chromeleon Server Configuration.
2. Ouvrir la boite de dialogue Propriétés de l'ICS-900 et cliquer sur **Inject Valve**.
3. Sous **Controlled by,** vérifier le module sélectionné pour Pump_InjectValve:
   - Pour un AS, verifier que l'**AS** est affiché (voirFigure 3-12).
   - Pour un AS40, Vérifier que c'est l'**ICS-900** qui est affiché (voir Figure 3-13).
   -

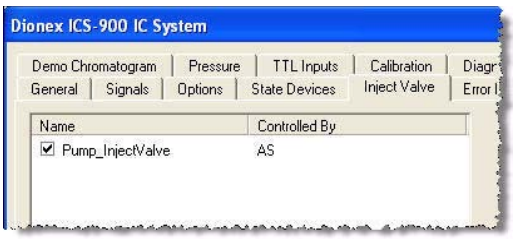


Figure 3-12. Propriétés de l'ICS-900: Inject valve contrôlée par l'AS

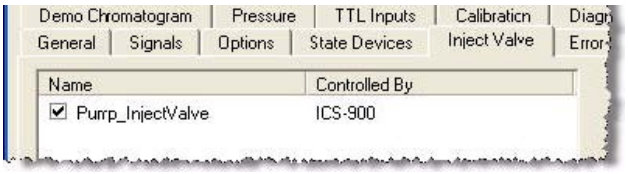


Figure 3-13. Propriétés de l'ICS-900: Inject valve contrôlée par ICS-900

4. Pour changer le module contrôlant la vanne d'injection, sélectionner **Pump_InjectValve** et presser la touché **F2** . Dans la boîte de dialogue Device Configuration, sélectionner le module depuis la liste **Controlled By**. Cliquer sur **OK**.

Pour un AS40, également vérifier qu'il y a une connexion RELAI depuis l'AS40 Load relay vers l'ICS-900 **RELAY OUT 1**. Se référer aux instructions de connexion dans la Section C.5 pour plus de détails.

3.11.5 Charger et injecter un échantillon avec une seringue

Cette partie décrit 2 méthodes pour charger un échantillon dans la boucle de la vanne d'injection avec une seringue:

- Charger un échantillon avec une seringue dans le port de chargement devant l'ICS-900 (push method)
- Charger l'échantillon en faisant le vide avec une seringue depuis le port de chargement devant l'ICS-900 (pull method)

NOTE Pour des instructions concernant le chargement des échantillons avec un passeur automatique, voir la Section 3.11.4.

Chargement des échantillons avec une seringue (Push Method)

1. Vérifier que le port d'injection des échantillons positionner devant l'ICS-900 est connecté au port **S (5)** sur la vanne d'injection (voir Figure 3-14).

2. Remplir la seringue avec un standard de calibration ou un échantillon.

3. Insérer la seringue dans le port de chargement des échantillons positionner devant l'ICS-900.

4. Vérifier que la vanne d'injection est ben en position LOAD. Si ce n'est pas le cas cliquer sur le bouton LOAD sur le panneau de contrôle de l'ICS-900 (voir Figure 3-11).

5. Remplir la boucle d'échantillonnage avec 5 volumes de boucles. Se rappeler que la tubulure depuis la seringue vers la vanne doit être remplie en premier avant que la boucle ne soit remplie. L'excès d'échantillon s'évacue vers la poubelle.

6. Enlever la seringue du port d'injection. Ceci prévient les phénomènes de siphonage de la boucle avant injection. Enlever la seringue du port

7. Utilise une des méthodes suivantes pour injecter l'échantillon sur la colonne :
   - Manuellement : cliquer sur le bouton **Inject** surle panneau de contrôle del'ICS-900. Voir la Section 3.11.2 pour plus details.
   - Automatiquement : Insérer la commande **Inject** dans un programme Chromeleon ou Chromeleon Xpress. Voir les exemples dans la Section 3.11.6. Voir la Section 3.11.3 pour plus de détails sur l'automatisation.

Charger les échantillons en faisant le vide avec la seringue (Pull Method)

1 Vérifier que le port de chargement des échantillons positionné devant l'ICS-900 est bien connecté au port **S (5)** sur la vanne d'injection (voir la Figure 3-14).

2 Déconnecter la tubulure allant à la poubelle depuis le port **W (6)** sur la vanne d'injection et connecter un tube court : 25 to 30 cm (10 to 12 in) de tube PEEK ou Teflon® (voir la Figure 3-14).

3 Placer l'extrémité libre dans un flacon contenant l'échantillon.

4 Vérifier que la vanne d'injection est en position LOAD. Si ce n'est pas le cas, cliquez sur le bouton LOAD sur le panneau de contrôle de l'CS-900 (voir la Figure 3-11).

5 Insérer une seringue dans le port de chargement de l'échantillon postionné en façade de l'ICS-900 et tirer le piston pour aspirer l'échantillon dans la boucle d'injection. Aspirer au moins 5 fois le volume de la boucle. Rappeler que la tubulure provenant du port **W (6)** sur la vanne d'injection doit être remplie en premier avant la boucle.

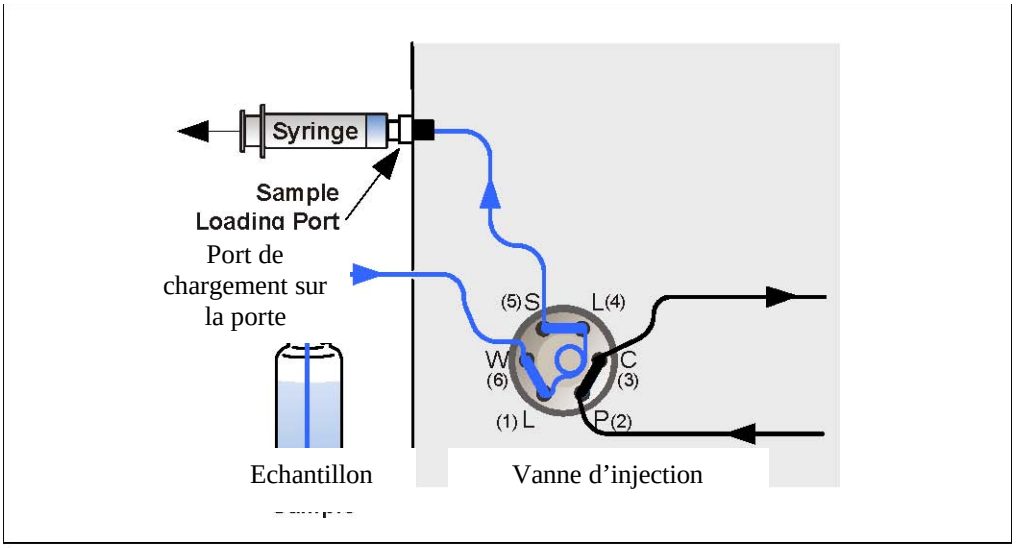


Figure 3-14. Loading Sample with a Vacuum Syringe (Pull Method)

Figure 3-14. Chargement d'un échantillon en faisant le vide avec une seringue (Pull Method)

6. Utilise une des méthodes suivantes pour injecter l'échantillon sur la colonne :

- Manuellement : cliquer sur le bouton **Inject** sur le panneau de contrôle del'ICS-900. Voir la Section 3.11.2 pour plus details.
- Automatiquement : Insérer la commande **Inject** dans un programme Chromeleon ou Chromeleon Xpress. Voir les exemples dans la Section 3.11.6. Voir la Section 3.11.3 pour plus de détails sur l'automatisation.

3.11.6 Exemple de commandes Chromeleon pour le chargement et l'injection d'échantillons

Les exemples suivant montrent les commandes pour charger et injecter des échantillons en utilisant les passeurs AS et AS40

Exemple de commandes pour les programmes avec l'AS

0.000 Pump_ECD.Autozero ;Zero the baseline. Load ;Switch the valve to Load. Wait CycleTimeState ;Wait for cycle time (if any). Inject ;Switch the valve to Inject. Wait InjectState ;Wait for injection to complete. ECD_1.AcqOn ;Start data acquisition.

14.000 ECD_1.AcqOff ;Stop data acquisition.

Exemple de commandes pour les programmes avec l'AS40

-2.300	Pump_ECD_Relay_1.Closed	Duration=138.00	;Note 1
0.000	Pump_ECD.Autozero		;Note 2
	ECD_1.AcqOn		;Note 3
	Pump_InjectValve.InjectPosition	Duration=30.00	;Note 4
30.00	ECD_1.AcqOff		;Note 5

Notes dans le programme de commandes AS40 Program Command Notes:

1 Fermer le **RELAY OUT 1** de l'ICS-900, qui est connecté au relai **LOAD** de l'AS40. This signals the AS40 to load the sample.
2 Zero de la ligne de base.
3 Démarrage de l'acquisition de données.
4 Basculement de la vanne en position Inject pendant 30 secondes.
5 Arrêt de l'acquisition de données.

3.12 Maintenance

Cette section décrit les procédures de maintenance pour l' ICS-900 que les utilisateurs peuvent réaliser. Toute autre procédure de maintenance doit être réalisée par le personnel Dionex.

Au besoin

- Préparer de l'éluant « frais ».
- Régulièrement vérifier le niveau de la bouteille d'éluant et remplir si besoin.
- Chaque fois que vous remplissez la bouteille d'éluant, également vider la bouteille de régénérant, rincer la et remplisser la avec du régénérant neuf. Réajuster le curseur indiquant le niveau d'éluant **Eluent Remaining** sur le panneau de contrôle de l'ICS-900 (voir la page 29).

Chaque jour

- Vérifier les différents composants de l'ICS-900 (see Figure 2-2) afin de traquer les fuites ou coulures éventuelles. Nettoyer les coulures, réparer les fuites (voir la Section 4.2).
- Vérifier le niveau du container "poubelle" et vider si besoin.

Chaque semaine

- Vérifier le circuit fluidique pour déceler d'éventuels pincements ou décoloration des tubes. Remplacer les tubes endommagés.
- Vérifier l'arrière et au dessous des têtes de pompe pour déceler d'éventuelles fuites. Des frictions normales entraînent de petites fuites autour du joint de piston. Ces fuites peuvent graduellement contaminer le logement du piston et entraîner un disfonctionnement de la pompe. Si des fuites sont observées changer les joints de piston. (voir la Section 5.7).

Annuellement

- Changer les joints de pompe (voir la Section 5.7).
- Changer le rotor/stator de la vanne d'injection (voir la Section 5.10).
- Si un passeur AS est installé, effectuer une maintenance préventive de l'AS. Un kit de maintenance : AS Preventive Maintenance Kit (P/N 060581) est disponible pour ce faire.
- Si un passeur automatique AS40 est installé, remplacer le TIP (P/N 040836).. Pour des instructions de remplacement du TIP , voir le manuel *AS40 Automated Sampler Operator's Manual* (Document No. 034970). Ce manuel est disponible sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

4 • Dépannage

Ce chapitre est un guide pour les problèmes de dépannage qui peuvent intervenir sur le système de chromatographie ionique ICS-900.

- Section 4.1 décrit les messages d'erreur affichés dans l'Audit Trail de Chromeleon ou Chromeleon Xpress.
- Section 4.2 à la Section 4.13 décrit d'autres problèmes et comment les résoudre.

Si vous n'êtes pas en mesure de résoudre le problème, contact Dionex France au 01 39 30 01 10

4.1 Alarmes et erreurs

Description du niveau de sévérité des icônes d'alarme

Warning Un message est affiché dans l'audit trail, mais l'analyse en cours n'est pas interrompue.

Error Un message est affiché dans l'Audit trail et le système attend une correction du problème (quelquefois en utilisant un paramètre alternatif). Une erreur n'interrompt jamais l'analyse en cours, pourtant si cette erreur est relevée durant le Ready Check, l'analyse ne démarrera pas.

Abort Un message est affiché dans l'Audit Trail et le batch d'analyse est stoppé.

Le tableau ci-dessous liste les messages d'erreur de l'ICS-900. Pour le dépannage , se référer à la page indiquée dans le tableau.

Alarmes and Erreur

Conductivity exceeds limit.	page 58
Flow rate calibration error.	page 53
Load/inject valve error.	page 53
Module data buffer overflow. Data may have been lost.	page 54
Pump motor lost control.	page 54
Pump pressure hardware error.	page 54
Pump pressure slope calibration error.	page 55
Remaining eluent below 200 mL.	page 55
The system pressure is below the low pressure limit.	page 56
The system pressure has exceeded the high pressure limit.	page 56

Conductivity exceeds limit.

Ce message peut apparaître quand l'ICS-900 est sous tension. Si le message apparaît à d'autres occasions, cela indique un problème.

Pour dépanner:

1. Effectuer la procédure de démarrage rapide en ligne du suppresseur

   - Déconnecter le tube séparant la sortie de colonne et le port **ELUENT IN** du suppresseur et déconnecter l'entrée de cellule provenant du port **ELUENT OUT** du suppresseur. Utiliser une union pour connecter ces deux lignes.
   - Mettre en route la pompe et laisser le suppresseur se régénérer pendant 10 minutes.
   - Eteindre la pompe et laisser le suppresseur s'hydrater durant 20 minutes.
   - Reconnecter la colonne et la cellule aux ports du suppresseur.

2. Si le bruit de fond reste important

   - Préparer de l'éluant « frais » (voir la Section 3.4).
   - Préparer du régénérant « frais »(voir la Section 3.5).

- Vérifier la calibration de la cellule en pompant de l'eau désionisée au travers de la cellule (shunter la colonne et le suppresseur) Le bruit de fond total doit être inférieur à 1µS.

- Effectuer la procédure de régénération off-line du suppresseur.
  - Déconnecter les tubes provenant du suppresseur et enlever le suppresseur de l'ICS-900.
  - Utilise rune seringue pour pousser les types et quantités suivants de liquide dans les ports du suppresseur.
    - **AMMS® 300:** pousser environ 3 mL de H_2SO_4 100 mM dans le port **ELUENT OUT** et environ 5 mL de H_2SO_4 100 mM au travers du port **REGEN IN**.
    - **CMMS® 300:** Pousser environ 3 mL de NaOH 200 mM dans le port **ELUENT OUT** et environ 5 mL of NaOH 200 mM au travers du port **REGEN IN**.
    - Laisser le suppresseur à plat pendant au moins 20 minutes pour totalement l'hydrater.
- Si le problème persiste, remplacer le suppresseur (voir la Section 5.12).

Flow rate calibration error.

Cette erreur apparaît si vous essayer de calibrer le débit quand la pompe est arrêtée ou si elle est route mais que le débit n'est pas 1 mL/min.

Pour dépanner :

Avant la calibration du débit, être sûr de son action. En pressant le bouton **Start Calibration** sur le panneau Wellness, ceci démarre automatiquement la pompe à 1 mL/min. Pour plus de détails sur les instructions de calibration du débit voir la Section 5.1.5.

Load/inject valve error.

Si la vanne d'injection ne bascule pas d'une position à l'autre en 1 second, le Moduleware de l'ICS-900 rapporte une erreur dans Chromeleon or Chromeleon Xpress et ce message d'erreur est affiché.

Pour dépanner:

1 Si une séquence est en train d'être analysée, terminer la en sélectionnant **Stop** dans le menu **Batch**.
2 Eteindre l'ICS-900 brièvement et redémarrer.
3 Essayer de basculer la vanne en position Load à Inject en cliquant sur le bouton **Inject** sur le panneau de contrôle de l'ICS-900.
4 Si le problème persiste, contacter le S.A.V. Dionex.

Module data buffer overflow. Data may have been lost.

De nombreux problèmes de nature électronique peuvent engendrer ce type de message d'erreur.

Si cette alerte apparaît, contacter le S.A.V. Dionex pour une assistance. Les composants électroniques de l'ICS-900 ne peuvent être changés par l'utilisateur.

Pump motor lost control.

Cette erreur indique un problème au niveau du contrôleur électronique de la pompe.

Pour dépanner :

- Contacter le S.A.V. Dionex pour un dépannage. Les composants électroniques de l'ICS-900 900 ne peuvent être changés par l'utilisateur.

Pump pressure hardware error.

Cette erreur indique un problème au niveau du contrôleur électronique de la pompe

Pour dépanner:

- Contacter le S.A.V. Dionex pour un dépannage. Les composants électroniques de l'ICS-900 ne peuvent être changés par l'utilisateur.

Pump pressure slope calibration error.

Cette erreur apparaît si vous essayer de calibrer le capteur de pression quand la pression est inférieure à 3 MPa (500 psi).

Pour dépanner :

- Vérifier que la pompe est allumée et que le débit est adapté à l'application.
- Vérifier que la gauge de pression fonctionne correctement.
- Vérifier que le bon nombre et le bon type de contre-pression installées. Se référer au tableau à la page 63.
- Vérifier la présence de fuites (voir la Section 4.2).

Remaining eluent below 200 mL.

ou-

Remaining eluent below 100 mL.

Ces erreurs apparaissent quand l'ICS-900 a détecter un volume d'éluant inférieur à celui spécifié dabs le message.

Pour dépanner :

- L'ICS-900 détermine la consommation d'éluant en utilisant le débit et la durée Durant laquelle la pompe est allumée. Pour obtenir un niveau précis d'éluant vous devez entrer le niveau sur le panneau de contrôle de l'ICS-900 chaque fois que la bouteille est remplie. Après avoir rempli la bouteille bouger le curseur **Eluent Remaining** sur le panneau de contrôle de l'ICS-900 (voir la Figure 3-3) pour indiquer le volume de liquide dans la bouteille.

The system pressure is below the low pressure limit.

Si la pression du système chute en dessous de la pression minimum pendant r 0.5 seconde, le Chromeleon ou le Chromeleon Xpress arrête la pompe et affiche ce message d'erreur. La pression minimale peut être paramétrer entre 0 and 33.7 MPa (0 and 4900 psi) dans la boîte de dialogue Chromeleon Server Configuration Properties ou dans le programme Chromeleon ou Chromeleon Xpress.

Pour dépanner :

1 Être sûr que la bouteille d'éluant est pleine.
2 Vérifier la présence de fuites (voir la Section 4.2).
3 Amorcer la pompe (voir la Section 3.6).
4 Redémarrer la pompe depuis le panneau d contrôle de l'ICS-900 (voir la Section 3.6).

Pour des informations additionnelles concernant l'amorçage de la pompe , voir la Section 4.3.

The system pressure has exceeded the high pressure limit.

Si la pression excède la limite de pression maximum pendant 0.5 seconde, Chromeleon ou Chromeleon Xpress arrête la pompe et affiche ce message d'erreur. La pression maximum peut être paramétrer entre 0.7 and 34.4 MPa (100 and 5000 psi) dans le Server Configuration ou programme de Chromeleon.

Pour dépanner:

1 Vérifier si les tubulures ne sont pas bouchées en remontant depuis la cellule jusqu'à la pompe. (voir la Figure 2-4 pour le circuit fluidique).
2 Redémarrer la pompe depuis le panneau de contrôle de l'ICS-900.

Pour des informations additionnelles concernant la pression du système voir la Section 4.7.

4.2 Fuites de liquides

- **Fuites aux connexions**

Localiser la source de la fuite. Revisser ou si nécessaire remplacer les différentes connexions de la ligne fluidique . (Voir Section 5.2). Pour les instructions se référer au document suivant : *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Document No. 031432), fournit sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

- **Ligne fluidique sectionnée**

  Remplacer la ligne fluidique (voir Section 5.2).

- **Blocked or improperly installed line**

Assurez-vous que les lignes ne sont pas pliées ou ne sont pas autrement bouchées. Également, si la ligne bouchée est une ligne poubelle, assurez-vous qu'elle n'est pas après la sortie de l'ICS-900. Si une ligne est bouchée, remplacez-la (voir Section 5.2).

- **Fuite au niveau des porte-clapets.**

Assurez-vous que les clapets anti-retour sont serrés dans la tête de pompe. S'ils ne sont pas, serrez-les délicatement avec une clé jusqu'à ce que la fuite s'arrête.

- **Joint de piston endommagé**

  1. Remplacer le joint de piston (voir Section 5.7).
  2. Si le problème persiste remplacer le piston (voir Section 5.8).

Tête de pompe desserrée

Attention en revissant la tête de pompe, visser doucement jusqu’à ce que la fuite s’arrête

NE PAS TROP SERRER !

Future au niveau du capteur de pression

S’assurer que les connexions dans le capteur de pression sont bien vissées. S référer au document : *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Document No. 031432), fournit sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891), Remplacer tous les fittings endommagés..

- **Fuite de la vanne de purge de la tête de pompe**

  S'assurer que la vanne de purge est bien fermée. Pour fermer la vanne tourner la vis dans le sens des aiguilles d'une montre. **NE PAS TROP SERRER! Un serrage peut endommager la vanne et la tête de pompe.**

  Inspecter la t^te de pompe, si la vanne de purge est la source de la fuite, remplacer le joint de la vanne de purge (voir Section 5.9).

- **Fuite du MMS 300**

  Se referrer au manuel du suppresseur pour les procedures de dépannage. Le manuel du suppresseur est fourni dans le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

- **Fuite de la vanne d'injection**

  S'assurer que les connexions fluidiques de la vanne sont serrées. Remplacer les fittings endommagés. Se referrer au document :*Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Document No. 031432) pour le resserage des fittings. Le manuel est fourni dans le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).
  Les fuites de liquide provenant de l'arrière du stator indiquent des dommages du rotor.Effectuer une maintenance de la vanne d'injection(voir Section 5.10).

- **Fuite de la cellule conductimétrique**

  Verifier que le tube poubelle n'est pas bouché, des particules piégées peuvent causer une restriction et/ou une fuite. Si nécessaire, nettoyer les lignes « poubelles » en inversant le sens du flux.

4.3 Difficultés à amorcer la pompe

- **La bouteille d'éluant est vide et/ou il n'y a pas d'éluant connecté**

  Remplir la bouteille, s'assurer que toutes les connexions sont bien positionnées.

- **Clapet sale**

  Nettoyer ou remplacer les clapets de la pompe (voir Section 5.6).

4.4 La pompe ne démarre pas

- **Pas d'alimentation (La LED sur le panneau avant indique une erreur)**

  Vérifier que le cordon d'alimentation est connecté. Vérifier le bon fonctionnement des fusibles et remplacer les si besoins (voir Section 5.13).

- **Pas de communication entre l'ICS-900 et Chromeleon ou Chromeleon Xpress (la LED de communication sur le panneau arrière ne s'allume pas)**

Le cable USB n'est pas connecté correctement. Pour les instructions de connexion, voir le document *ICS-900 Ion Chromatography System Installation Instructions* (Document No. 065214), fournit sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891) et dans le Kit ICS-900 (P/N 067768).

4.5 Pas de débit

- **La pompe n'est pas amorcée**

  Amorcer la pompe (voir Section 3.6).

- **Le piston de la pompe est cassé**

  Remplacer le piston (voir Section 5.8).

4.6 Débit et pression instables

- **La pompe a besoin d'être amorcée**

Amorcer la pompe (voir Section 3.6).

- **Le joint de piston est endommagé**

  Remplacer le joint piston (voir Section 5.7).

- **le clapet est sale**

  Nettoyer ou remplacer les clapets (voir Section 5.6).

4.7 Contre-pression du système excessive

- **Bouchage du système**

  Vérifier toutes les lignes fluidiques pour un éventuel bouchage. S'assurer que les ferrules ne sont pas trop serrées sur le tube. Se référer au document *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Document No. 031432) pour plus de détails. Ce document est fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

- **Fitting endommagé**

  Isoler le fitting défectueux en dévissant les fittings, un à un, jusqu'à ce que la pression revienne à la normal. Remplacer le fitting (voir Section 5.2).

- **Le débit au travers de la colonne est trop élevé**

  Vérifier le débit de la pompe.

- **Les supports du lit de colonne sont colmatés**

  Se référer aux instructions dans le manuel de la colonne pour le dépannage. Le manuel de la colonne est fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

- **Colonne contaminée**

  Nettoyer la colonne comme décrit dans le manuel fourni dans le CD-ROM Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).

- **La vanne d'injection est bouchée**

  Effectuer une maintenance de la vanne (voir Section 5.10).

4.8 Pic "fantôme"

Les pics "fantôme" sont des pics non attendus apparaissant sur le chromatogramme. Ce peut être des pics provenant de l'injection précédente qui mettent du temps à être élués ou ils résultent d'un mauvais fonctionnement de la vanne d'injection. Ces pics peuvent co-élués avec les pics d'intérêt entrainant ainsi une mauvaise reproductibilité pour les aires ou les surfaces de pics.

- **Temps insuffisant entre deux injections d'échantillons**

Attendre jusqu'à ce que le précédent échantillon soit complètement élué avant de faire une nouvelle injection.

- **Flush insuffisant entre les échantillons**

  Flusher la boucle avec au moins10 volumes d'eau déionisée ou d'échantillon entre les injections d'échantillons.

- **Standards incorrects ou contaminés**

  Refaire un nouveau standard.

- **Eluant contaminé ou incorrect**

  Refaire un nouvel éluant (voir Section 3.4).

- **La vanne d'injection ne fonctionne pas correctement**

  Contacter le S.A.V. Dionex

4.9 Hauteur de pic ou temps de rétention non reproductible

- **Column overloading**

  Diluer l'échantillon (voir Section 3.10.3).

- **Fuite de liquide**

  Localiser et éliminer les fuites (voir Section 4.2).

- **Remplissage incomplet de la boucle 'injection**

  1. Remplir la boucle jusqu'à ce que l'excès d'échantillon sorte par le tube poubelle.

  2. Inspecter votre seringue de 1 cc (P/N 016388) et changer celle-ci si nécessaire.

- **Pompe non amorcée correctement**

Amorcer la pompe (voir Section 3.6).

4.10 Temps de rétention ou sélectivité anormale

- **Eluant contaminé ou incorrect**

  Refaire de l'éluant en utilisant de l'éluant concentre et de l'eau désionisée fraîche (18mégohm) (voir Section 3.4).

- **Echantillon contaminé ou dégradé**

  Prendre les précautions appropriées quant à la préparation et au stockage pour prévenir les contaminations et la dégradation de ce dernier. (voir Section 3.10).

- **Colonne contaminée**

  1 Nettoyer la colonne comme décrit dans le manuel de la colonne fourni dans le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).
  2 Si le nettoyage ne change rien, remplacer la colonne.

4.11 Pas de réponse du détecteur

- **Cellule non correctement installée**

  Vérifier si la cellule est correctement connecté au panneau du module. Vérifier que le corps de cellule est vissé jusqu'à ce que le bas du corps atteigne la partie métallique du panneau (voir Figure 2-2 and Figure 2-10).

- **Pas de débit depuis la pompe**

  Plusieurs conditions peuvent causer ce problème, voir Section 4.4 et Section 4.5 pour plus de détails

- **L'électronique de la cellule pose problème**

Utiliser le panneau Wellness pour tester l'électronique avec la dummy cell (voir Section 5.1 et l'aide de Chromeleon pour plus d'instructions). Si la conductivité lue avec la dummy cell est en dehors de la plage de tolérance, l'électronique peut être mise en cause. Contacter Dionex pour une assistance.

4.12 Les valeurs de données par le détecteur sont trop élevées

- **L'éluant n'est pas suppressé par le suppresseur**

Si **Conductivity exceeds limit** est affiché sur l'Audit Trail Chromeleon or Chromeleon Xpress, suivre les instructions Section 4.1. Pour obtenir d'autres renseignements concernant le dépanange, se référer au manuel du suppresseur fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

- **La concentration de l'échantillon est trop élevée**

  Diluer l'échantillon (voir Section 3.10.3).

- **Mauvais éluant ou régénérant**

Vérifier que vous utilisez le bon éluant et régénérant pour votre système (voir Section 3.4).

- **La calibration de la cellule n’est pas bonne**

  Recalibrer la cellule à partir du panneau Wellness panel (voir Section 5.1).

4.13 Bruit de fond et dérive de la ligne de base

- **Le système fuit, ligne de base erratique**

  Vérifier tous les fittings et les tubes à la recherche d’éventuelles fuites. Revisser et si nécessaire remplacer les connexions. Se référer au document : *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Document No. 031432). Ce manuel est fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

- **Du gaz est piègé dans la cellule**

  Libérer tous le gaz piégé dans la cellule en dévissant les tubes entrée/sortie de cellule puis réviser les. Aussi ,dévisser et revisser les fittings des ports entrée/sortie d’éluant du MMS.

- **La pompe n’est pas correctement amorcé.**

  Amorcer la pompe (voir Section 3.6).

- **CEluant et/ou régénérant contaminé ou incorrect.**

  Refaire de l’éluant et du régénérant (voir Section 3.4).

- **Brusque changement de la temperature ambiante**

  Si la température est au delà des spécification soit de 10 à 35 °C (50 to 95 °F), vérifier que la climatisation ou le chauffage n’est pas directement orienté vers the ICS-900 et que la porte de l’ICS-900 soit fermée.

- **Contre-pression insuffisante en sortie de cellule**

  Vérifier que les boucles de contre-pression correctes soient installées.

  système Standard bore: Utilise rune ou deux boucle noires de contre-pression (P/N 045877) fournies dans le kit : ICS-900 Ship Kit (P/N 067768).

Débit	Nombre de boucles
1.5 to 3.0 mL/min	1 (noire)
0.5 to 1.5 mL/min	2 (noire)

Système Microbore: Utilise rune ou deux contre-pression rouges (P/N 045878) fournie dans le kit : microbore tubing kit (P/N 052324).

Débit	Nombre de boucles
0.3 to 0.5 mL/min	1 (red)
Less than 0.3 mL/min	2 (red)

Installer le tube entre la sortie de cellule et l'entrée de la bouteille de régénérant. Pour les instructions de connexion voir le document *ICS-900 Ion Chromatography System Installation Instructions* (Document No. 065214), fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891) et dans le kit : ICS-900 Ship Kit (P/N 067768).

- **Durée d'équilibre insuffisante suivant un changement de paramètres ; spécialement en travaillant à haute sensibilité.**

  Augmenter le temps d'équilibre du système (jusqu'à 3 heures) avant de démarrer l'injection de vos échantillons

- **Conditions d'opération du suppresseur incorrect.**

  Se référer aux informations concernant le dépannage dans le manuel du suppresseur fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

- **Température de cellule soit trop élevée soit trop basse**

  Contacter le S.A.V. Dionex.

- **Joint de piston endommagé**

  Remplacer le joint de piston (voir Section 5.7).

- **Le tube de contre-pression DCR non installé ou incorrectement installé**

  Installer le tube à l'extrêmité du tube "poubelle" en sortie de suppresseur. Pour les instructions de connexion, voir le document : *ICS-900 Ion Chromatography System Installation Instructions* (Document No. 065214), fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891) et dans le kit : ICS-900 Ship Kit (P/N 067768).

5•Service

Ce chapitre décrit le dépannage et les procédures de réparation du système de chromatographie ionique ICS-900. Les procédures de dépannage incluant les procédures de remplacement de l'électronique doivent être réalisées par le personnel Dionex. Pour une assistance, contacter le S.A.V. Dionex via la Hotline 01 39 30 01 10

Avant de remplacer une pièce, se référer aux informations de dépannage au Chapter 4 pour identifier correctement la the cause du problème.

IMPORTAN En substituant les pièces Dionex par des pièces Non- Dionex, cela peut altérer les performances du système

5.1 Diagnostiques et Calibrations

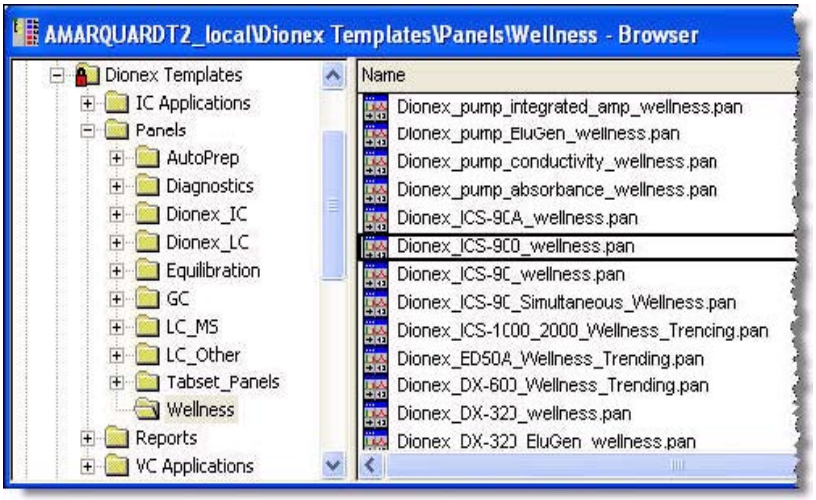
Le panneau Wellness (voir Figure 5-2) permet le contrôle pour effectuer diagnostique et calibration. Cette section fournit une vue d'ensemble des caractéristiques du panneau Wellness. Pour les procédures de calibration, voir les sections suivantes :

- "Calibrer le capteur de pression (Section 5.1.3)
- "Calibrer la cellule (Section 5.1.4)
- "Calibrer le débit (Section 5.1.5)

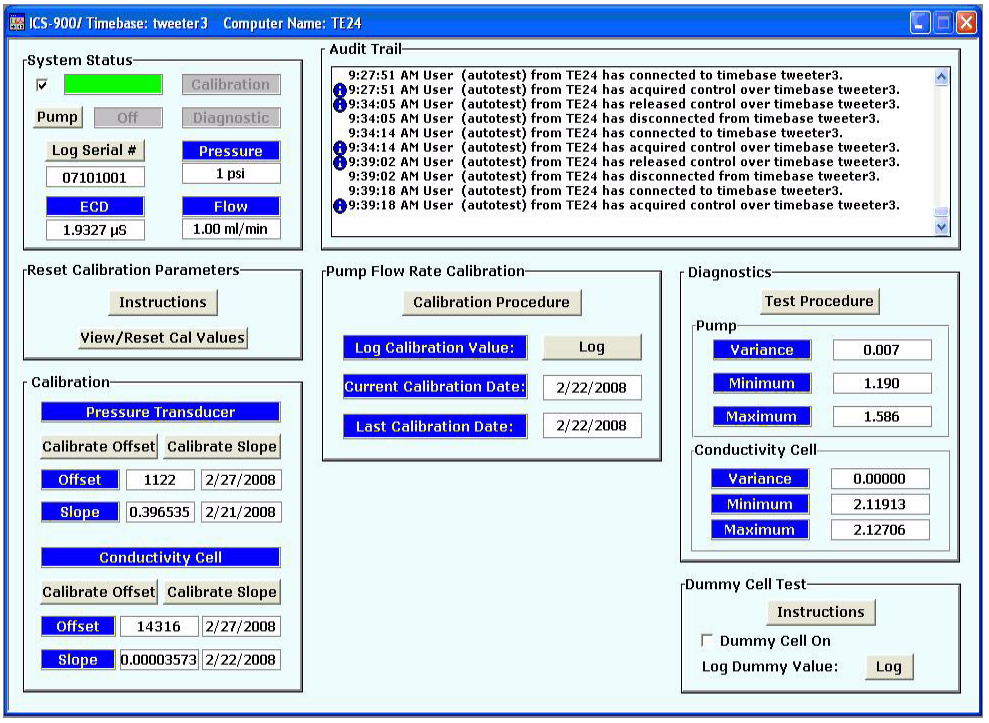
5.1.1 Ouvrir le panneau Wellness

1. Dans le Chromeleon Browser, ouvrir le dossier **Dionex Templates\Panels\Wellness**.

2. Double-cliquer **Dionex_ICS-900_wellness.pan** (voir Figure 5-2).



Le panneau panneau Wellness panel s’ouvre (voir Figure 5-2).



3. Si le contrôle du panneau Wellness est désactivé, sélectionner **Connect to timebase** dans le menu **Control** et sélectionner la base de temps de l'ICS-900.

5.1.2 Caractéristiques du panneau Wellness

Le panneau Wellness fournit les caractéristiques:

Etat du système • La case à cocher indique si l'ICS-900 est connecté au Chromeleon ou au Chromeleon Xpress. Quand il n'y a pas de connexion, la case à cocher est vide et les contrôles sur l panneau Wellness sont désactivés.

- Cliquer sur le bouton **Pump** pour allumer ou éteindre la pompe
- Cliquer sur le bouton **Log Serial #** pour enregistrer le N° de série de l'ICS-900 dans l' Audit Trail.
- La boîte **Calibration** ou **Diagnostic** est verte quand la procédure de calibration ou de diagnostique est en cours.
- Le courant total, la pression du système, le débit de la pompe et la conductivité du détecteur électrochimique (**ECD**) sont affichés.

Audit Trail • L'Audit Trail affiche chaque événement pouvant se produire durant l'utilisaton de l'ICS-900. ceci inclus, les erreurs, les messages d'état de la machine, les événements dus à l'utilisation, etc.

Reset • Cliquer sur le bouton **View/Reset Cal Valuespour** ouvrir une fenêtre de **Calibration** qui montre les valeurs de calibration du courant, les précédentes valeurs, les **Paramètres** et les valeurs réglées en usine .

Calibration

- **Capteur de pression**
  - Utiliser les boutons **Calibrate Offset** et **Calibrate Slope** quand vous effectuez la procédure de calibration du capteur de pression (voir Section 5.1.3).
  - **Les valeurs Offset** and **Slope** et la date de la dernière calibration sont affichées.
  -

- **Cellule de conductivité**
  - Utiliser les boutons **Calibrate Offset** et **Calibrate Slope** quand vous effectuez la procédure de calibration de la cellule (voir Section 5.1.4).
  - Les valeurs **Offset** and **Slope** et la date de la dernière calibration sont affichées.
  -

- **Calibration du débit**
  - Cliquer sur **Calibration Procedure** pour effectuer la calibration (voir Section 5.1.5).
  - Cliquer sur **Log** pour enregistrer la valeur dans l'Audit Trail.

Diagnostique

- Les valeurs de variances des la pompe et de la cellule de conductivité sont des mesures de bruit des différents canaux. Les valeurs de ces mesures pourront varier avec différents éluants, l'âge et l'usure des joints de piston, la bruit de fond conductimétrique. Quand les valeurs (obtenues dans les mêmes conditions) sont comparés, elles peuvent être utilisées comme des mesures relatives de performance du système

Dummy Cell Test

- La cellule de test connecte une résistance fixe à la place de la cellule de conductivité. Une valeur mesurée en dehors de lla plage habituelle indique un problème de fonctionnement de l'électronique du détecteur.
- Cliquer sur **Log** pour achever le test et enregistrer la valeur dans l'Audit trail. En cliquant sur log, vous validez l'utilisation de la cellule test, enregistrez la valeur et ensuite mettez hors service la cellule test.
- La boite de dialogue **Dummy Cell On** connecte et met hors service la cellule test.

5.1.3 Calibrer le capteur de pression

1 Basculer la vanne d'injection plusieurs fois en cliquant sur les boutons Load et Inject du panneau de l'ICS900. ceci élimine l'air ou les contaminants (de fabrication ou maintenance) dans la boucle d'injection.
2 Attendre 10 minutes et se reporter à l'étape 3.
3 Ouvrir le panneau Wellness ICS-900 (voir la Section 5.1).
4 Sous **Pressure Transducer**, Cliquer sur le bouton **Calibrate Offset** (voir la Figure 5-2). Un panneau avec les instructions et les boutons de commande s'ouvrira.
5 Suivre les instructions sur le panneau pour compléter la procédure de calibration du zéro. Le zéro est déterminé et stocké comme la valeur de référence.

NOTE Pour ouvrir la vanne de purge sur la face de la tête de pompe secondaire (voir Figure 5-3), tourner la vis d'un demi-tour dans le sens horaire.

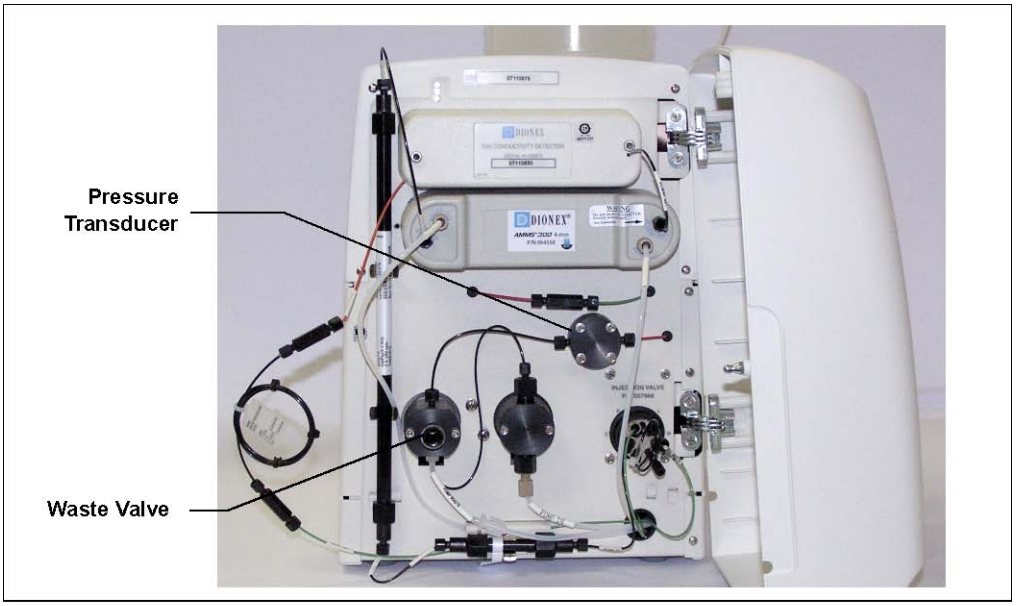


Figure 5-3. ICS-900 Interior Components

6. Fermer la vanne de purge.

7. Sous **Pressure Transducer**, cliquer sur le bouton **Calibrate Slope**. Un panneau avec les instructions et commandes s'ouvre.

8. Suivre les instructions sur le panneau. La nouvelle pente est déterminée et stocké comme la valeur courante.

9. Eteindre la pompe.

10. Déconnecter la jauge de pression et la contre-pression

11. Reconnecter le capteur de pression à la pompe

5.1.4 Calibrer la cellule

Calibrer la cellule tous les 6 mois ou après l'installation d'une nouvelle cellule de conductivité..

Items Needed	Description
1.00 mM KCl solution	Preparer la solution en dissolvant 0.0746 g de KCl dans un litre de d'eau MilliQ 18 megohm-cm) filtrée et desionisée en utilisant une fiole jaugée

1. Utilise une clé Allen pour enlever les deux vis maintenant le couvercle de la cellule de sur la façade de l'ICS-900 (voir Figure 5-4)..

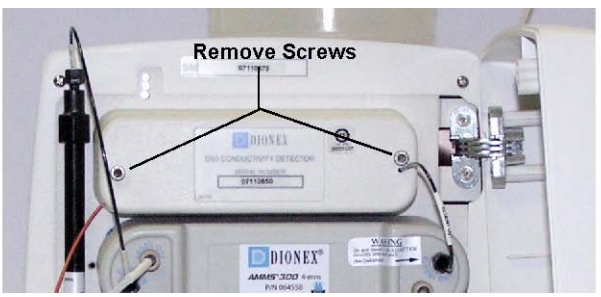


Figure 5-4. Composant de l'ICS900, Enlever le couvercle de la cellule

1 Tirer le couvercle horizontalement du panneau pour déconnecter la cellule de la partie électronique. Laisser le couvercle attaché au tube.
2 Ouvrir le panneau Wellness de l'ICS-900 (voir Section 5.1).
3 Sous **Conductivity Cell**, cliquer sur le bouton **Calibrate Offset** (Figure 5-2). Un panneau avec les instructions et les boutons de commande s'ouvrira.
4 Suivre les instructions sur le panneau pour achever la procédure de calibration du zéro de conductivité. La nouvelle valeur du zéro est déterminée et enregistrée comme la valeur courante à utiliser.

NOTE Pour réinstaller la cellule, sur la façade, aligner le connecteur 9 pins du corps de cellule et le pluguer à la partie électronique. Replacer les vis de maintien (enlevées à l'étape 1) et visser.

1 Sous **Conductivity Cell**, cliquer sur le bouton **Calibrate Slope**. Un panneau avec les instructions et les boutons e commande s'ouvrira.
2 Suivre les instructions sur le panneau pour compléter la procédure de calibration de la cellule de conductivité. La nouvelle valeur de pente de la courbe de calibration est déterminée et enregistrée comme la valeur courante à utiliser.

NOTE Après la calibration, la conductivité de la cellule doit être de 147.00 ± 2 µS/cm. Si ce n'est pas le cas, contacter le S.A.V. Dionex.

1 Rincer la solution de KCl du système en pompant de l'eau désionisée au travers de la cellule. Quand la conductivité chute à une valeur proche de zéro, arrêter le débit.
2 Reconnecter la pompe à la vanne d'injection et reconnecter la ligne fluidique du suppresseur à l'entrée de la cellule.

5.1.5 Calibrer le débit

Calibrer le débit si la précision du débit et le test OQ et PQ ne passe pas.

Matériel nécessaire :

- ID tube PEEK jaune de diam interne 0.076-mm (0.003-in) (P/N 049715) pour créer une contrepression 14 ± 2 MPa (2000 ± 300 psi) (si besoin)
- De l'eau désionisée (18 megohm-cm)
- Balance capable de peser 10 g avec une précision de 0.001 g
- Un bécher taré

Pour calibrer:

1 Ouvrir le panneau Wellness de l'ICS-900 (voir la Section 5.1).
2 Sous **Pump Flow Rate Calibration**, cliquer sur **Calibration Procedure**. Un panneau avec les instructions et les boutons de commande s'affichera.
3 Suivre les instructions sur le panneau pour achever la procédure de calibration.

NOTE Entrer le poids de l'eau collectée (en grammes, en arrondissant au mg le plus proche)

4. Cliquer sur **Log** pour enregistrer la nouvelle valeur de calibration dans l'Audit Trail. Cette valeur est enregistrée et stockée comme la valeur courante à utiliser.

5.2 Replacement des tubes et fittings

L'ICS-900 est monté avec des tubes listés ci-dessous.

Taille des tubes et types d'utilisation :

0.125-mm (0.005-in) ID PEEK, rouge Connexion de l'amortisseur de pulsation de la pompe au capteur de pression (P/N 044221)

0.25-mm (0.010-in) ID PEEK, black Connexion entre tous les autres composants du système

(P/N 042690) components 0.50-mm (0.020-in) ID Tefzel®, connexion transparente du port d'injection sur la porte à la vanne d'injection (P/N 035519) injection valve

0.75-mm (0.030-in) ID PEEK, vert Connexion de la vanne d'injection à la poubelle , (P/N 044777) vanne d'injection à l'amortisseur de pulsation et cellule au régénérant.
1.6-mm (0.062-in) ID Teflon®, Connexion du suppresseur **Regen In** l (P/N 014157) à la bouteille de régénérant, **Regen Out** à la poubelle, pompe vers la bouteille d'éluant et pompe vers la poubelle.

Kit de tube Microbore (P/N 052324) Tubes pour échanger le tube noir 0.25-mm (0.010-in) ID PEEK avec le tube rouge 0.125-mm (0.005-in) ID (pour réduire les volumes morts).

- 10-32 fittings (P/N 062980) et les ferrules (P/N 043276) sont utilisées pour la plupart des connexions des tubes. Pour le serrage, se référer au document *Installation of Dionex Liquid Line Fittings* (Document No. 031432). Ce docuement est fourni sur le CD-ROM Dionex Reference Library CD-ROM (P/N 053891).
- 1/8-in fittings (P/N 052267) et les ferrules (P/N 048949) sont utilisées pour les connexions des ports Regen du MMS 300 et les bouteilles d'éluant et de régénérant.
- 1/16-in fittings (P/N 052230) et les ferrules (P/N 052231) sont utilisées pour les connexions du port d'injection de la porte avant à la vanne d'injection

5.3 Isoler un bouchage dans la ligne fluidique

Un bouchage dans la ligne fluidique pourra causer une pression excessive du système

1. Commencer par pomper l'éluant au travers du système (en incluant la colonne)

2. Suivre le schéma fluidique de l'ICS-900 (voir la Figure 2-4) et travailler en "remontant" le système en commençant par la sortie de cellule. A chaque fois, dévisser les fittings et observer la pression. One at a time, loosen each fitting and observe the pressure. Le bouchage est indiqué lorsque la pression chute anormalement au dévissage de la connexion.

   Si le bouchage engendre une pression si élevée que le système n'est pas opérationnel, vous devez ajouter une à une les différentes parties du système jusqu'à ce que la pression augmente de façon anormale.

3. Si le bouchage est dans un tube ou un fitting, essayer de flusher dans le sens inverse ou en remplaçant le tube ou le fitting.

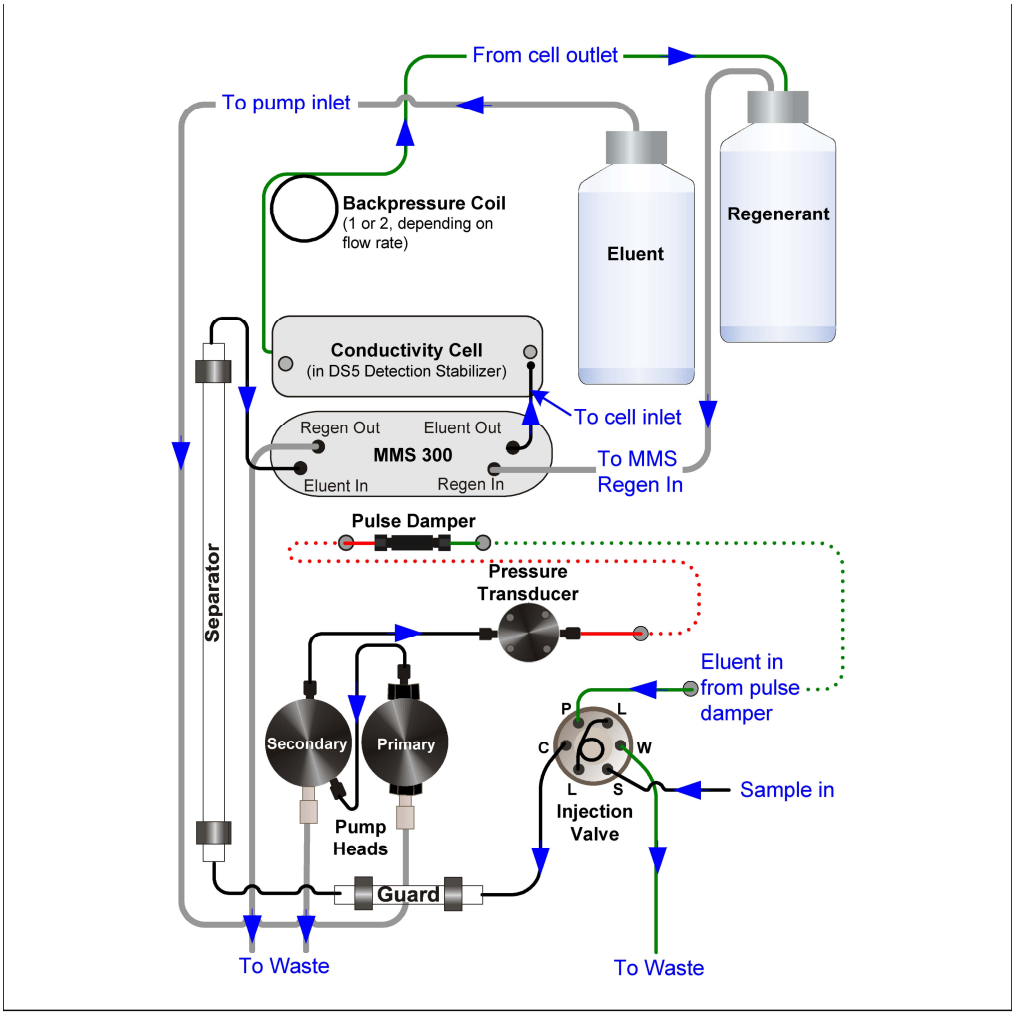


Figure 5-5 Schéma fluidique de l'ICS900

5.4 Nettoyer les bouteilles d'éluant

Avant de préparer un nouvel éluant , toutes les bouteilles doivent être rincées (intérieur et extérieur) avec de l'eau désionisée (18 megohm-cm). Si une bouteille paraît encore sale, ou si un fin film s'est déposé à l'intérieur, suivre les instructions ci-dessous.

1 Eliminer tous les restes de produits chimiques.
2 Rincer la bouteille (intérieur et extérieur) avec de l'eau désionisée. (18 mégohm-cm)
3 Rincer l'intérieur de la bouteille avec de l'isopropanol ou du méthanol.
4 Si des algues ou des bactéries ont développé un film fin sur la bouteille utiliser un algicide ou un désinfectant (eau oxygénée diluée, etc. ;)
5 Bien rincer et nettoyer pour éliminer les traces de produits chimiques avec de l'eau désionisée.(18 megohm-cm)
6 Sécher la bouteille avec de l'air dépoussiéré.

5.5 Changement de la boucle d'injection .

Une boucle d'injection de 10 µL PEEK (P/N 042949) est installée. Sur la vanne d'injection en usine. Si vous utilisez une colonne de 2 mm, se referrer au manuel de la colonne pour la taille de la boucle requise. Les manuels des colonnes sont fournis sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891)

1 Eteindre la pompe depuis le panneau de contrôle de l'ICS-900. Ouvrir la porte à l'avant de l'ICS-900.
2 Déconnecter la boucle d'échantillonnage des ports L et L sur la vanne d'injection. (voir la Figure 5-6).

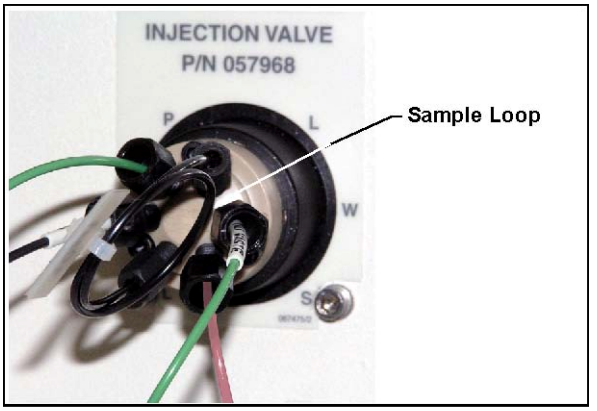


Figure 5-6 ICS-900 Injection Valve

Figure 5-6 Vanne d'injcetion de l'ICS900

1 Installer la nouvelle boucle entre les deux ports.
2 S'assurer que la boucle est bien enroulée et que la porte ferme correctement
3 Allumer la pompe depuis le panneau de contrôle de l'ICS-900.
4 Vérifier qu'il n'y a pas de fuite et revisser si besoin.
5 Fermer la porte.

5.6 Nettoyage et remplacement des clapets.

Un clapet sale peut entraîner des débits et pression erratiques. En plus il peut entraîner un désamorçage de la pompe ou des difficultés d'amorçage. Si possible, remplacer le clapet sale. Si vous ne disposez pas de clapets neufs, suivre les instructions ci-dessous pour le nettoyage.

To replace the check valves:

1 Turn off the ICS-900 power switch and disconnect the power cord.
2 To prevent contamination of pump parts, put on a pair of powder-free gloves before disassembling the pump head.
3 Disconnect the tube fittings from the inlet and outlet check valve assemblies on the primary pump head (see Figure 5-7).
4 Use a 1/2-inch wrench to loosen both check valve assemblies. Remove the check valve assemblies from the pump head.

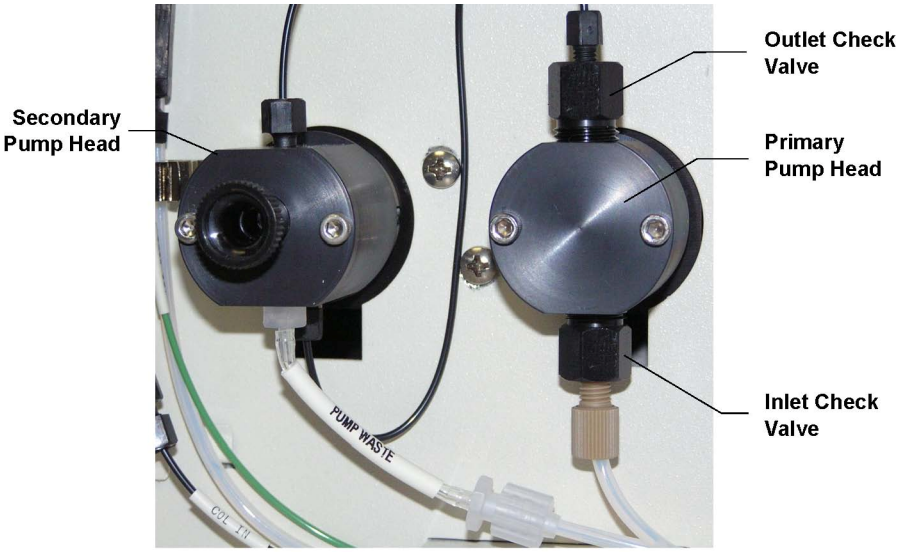


Figure 5-7 têtes de pompes

NOTE Le clapet d'entrée est muni d'un port1/4-28 . Le clapet de sortie est muni d'un port 10-32.

5. Inspecter la nouvelle cartouche de clapet (P/N 045722) pour verifier que les deux trous En sortie de cartouche sont visibles (voir la Figure 5-8).

   Si les deux trous ne sont pas visibles enlever la cartouche et placer la dans le bon sens. . Inspecter la nouvelle cartouche de clapet (P/N 045721) pour verifier qu'il n'y a qu'un seule trou visible.

   Si le seul trou n'est pas visible enlever le clapet de la cartouche et réinstaller le correctement

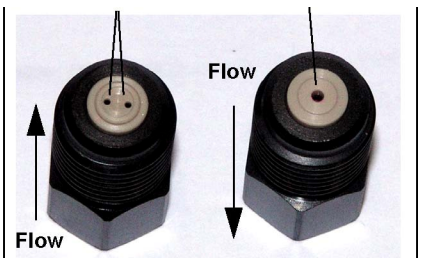


Figure 5-8 cartouches de clapets

NOTE la pompe ne doit pas fonctionner correctement si les clapets ne sont installés correctement (dans le bon sens) dans leur cartouche respective. Le liquide traverse le clapet depuis le simple trou jusqu'aux deux trous de sortie.

7. Installer la cartouche de clapet d'entrée en dessous de la têtes de pompe primaire. Installer la cartouche de clapet de sortie au dessus de la tête de pompe primaire. Visser les cartouches manuellement et utiliser une clé pour ajouter un quart de tour voire un demi-tour.

Un serrage trop important peut endommager la tête de pompe et le support de clapet et peut abîmer les sièges du clapets.

8. Reconnecter les lignes fluidiques et mettre l'ICS900 sous tension

9. Amorcer la pompe (voir la Section 3.6).

10. Quand l'ICS-900 atteint la pression de travail, vérifier l'absence de fuites, resserrer un peu si besoin..

Pour nettoyer les clapets:

1 Suivre les étapes 1 à 4 de la procédure de remplacement pour enlever les clapets de la cartouche.
2 Placer les clapets et les cartouches dans un bécher avec du méthanol. Soniquer pendant quelques minutes.
3 Rincer chaque clapet avec de l'eau désionisée.
4 Suivre les étapes 5 à 10 de la procédure de remplacement des clapets pour réinstaller les clapets nettoyés.

5.7 Replacement d'un joint de piston et du joint arrière.

Un joint endommagé entraîne des fuites à l'arrière du piston, dans le logement de nettoyage du joint de piston. La pompe a des difficultés à s'amorcer, le débit peut être instable et il peut y avoir un bruit de fond important...

Préparation:

1 Rincer la pompe avec de l'eau désionisée. Envoyer directement le liquide à la poubelle après la tête de pompe secondaire (voir Figure 5-7). Pour ouvrir la vanne, tourner la vis d'un demi-tour dans le sens anti-horaire.
2 Après rinçage, fermer la vanne de purge..
3 Pour éviter d'éventuelles contaminations des différentes parties de la pompe mettre des gants avant des démonter la tête de pompe..

Démonter la tête de pompe et le piston

1 Eteindre le module et déconnecter le cordon d'alimentation.
2 Déconnecter tous les tubes sur la tête de pompe.
3 Avec une clé 7/64 (P/N 068227), dévisser les deux vis sur la tête de pompe qui présente un joint de piston défectueux. Enlever les vis, et retirer avec précautions la tête et la déposée sur une surface propre.
4 Dégager avec précautions le piston en le tirant horizontalement depuis sa base .

Un mouvement latéral pendant la séparation de la tête et du piston peut casser le piston.

1 Placer la tête (la face avant vers le bas) sur une surface propre.
2 Le piston ne vient pas avec le reste de la tête de pompe car il est magnétiquement fixé au système. Après avoir enlevé la tête de pompe. Après avoir enlevé la tête de pompe, retirer le piston de la pompe doucement en le maintenant à la base.

Se référer à la Figure 5-9 ou Figure 5-10 pour démonter ou remonter la tête de pompe.

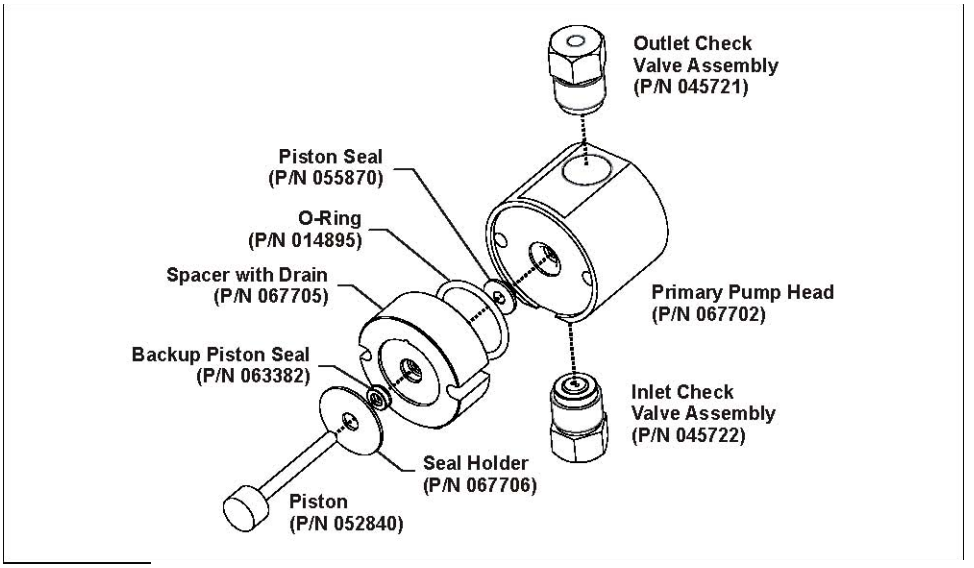


Figure 5-9 Tête de pompe primaire

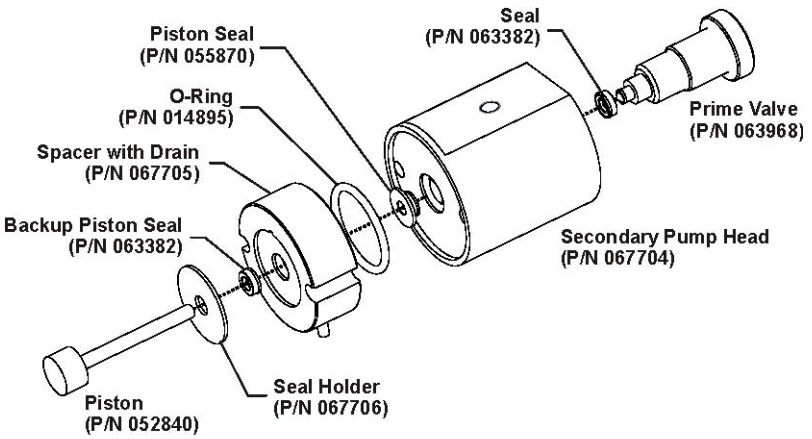
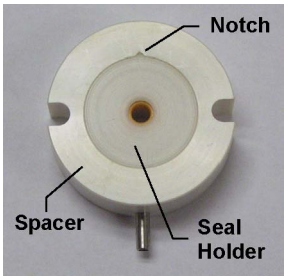


Figure 5-10 Tête de pompe secondaire

Pour installer un nouveau joint de piston arrière

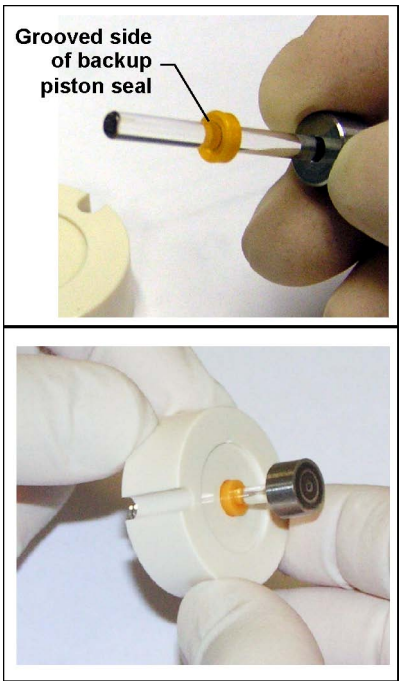
1. Enlever le spacer de la tête de pompe

2. Pour enlever le support de joint du spacer utilise rune des methodes suivantes.
   - Avec le support de joint en face, placer le spacer dans votre main et faites passer de l'air pour déloger le joint.
   - Insérer un object fin dans l'encoche sur le spacer et doucement retirer le seal holder.
   - **Faire attention de ne pas rayer le spacer**.



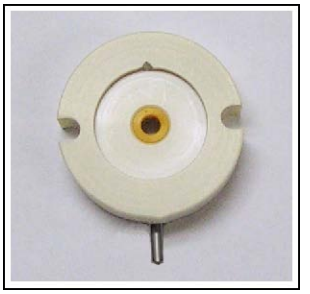
3. Pour enlever le joint de piston arrière, insérer un objet fin et doucement retirer le joint de piston arrière. To remove the backup piston seal from the spacer, insert a thin object (for example, the straightened end of a paper clip) and carefully pry out the backup piston seal.
   Faire attention de ne pas rayer le spacer.

4. Pour installer the new backup piston seal:
   - Tenir le nouveau joint de piston arrière (P/N 063382) avec la face rainurée en arrière, et insérer le piston au travers du joint..
   - Insérer le piston dans le trou central du spacer.
   - Pousser le piston dans le spacer jusqu'à ce que le haut du piston soit en contact avec le spacer.. Un clic doit être entendu lorsque le joint est correctement enclenché.



IMPORTAN **Le joint de piston arrière est fabriqué en plastique mou. Ne pas l'écraser. Avec quelque chose de dur ou piquant. Si le joint est piqué il ne jouera pas son rôle correctement et il peut en résulter des fuites.**

- Tirer le piston.
- Appuyer le support de joint dans le spacer.



Pour enlever le vieux joint de piston de la tête de pompe.:

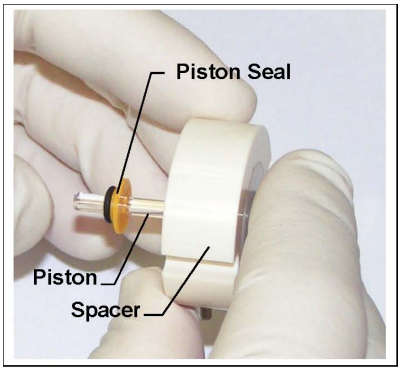
1 Remplir la cavité de la tête de pompe avec de l'eau désionisée .
2 Réinsérer le piston sur approximativement 3 mm (0.125 inch) dans le joint.
3 Si il s'agit de la tête de pompe primaire , installer un bouchon (P/N 042772) sur le clapet de sortie. Visser le bouchon.
4 Si il s'agit de la tête de pompe secondaire , installer un bouchon (P/N 042772) sur les deux ports entrée et sortie.
5 Pousser le piston dans la tête. (Ceci a pour effet de déloger le joint de la tête) Enlever le piston et enlever le joint.

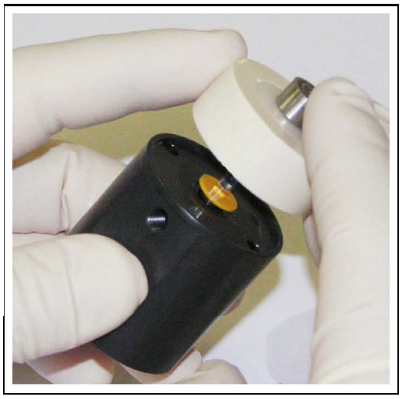
NOTE Si le piston n'est pas enlevé, vérifier que les bouchons sont bien vissés et ajouter de l'eau. Vérifier que le la tête ne contient pas de bulle d'air., et alors répéter les étapes 2 et 5.

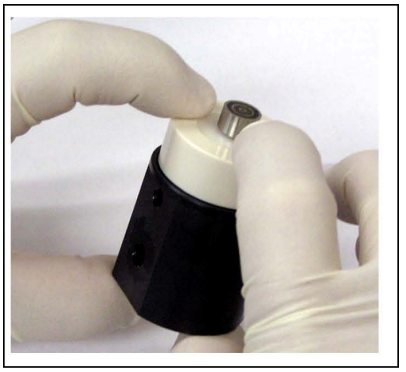
6. Enlever le(s) bouchon(s)

Pour installer un nouveau joint de piston:

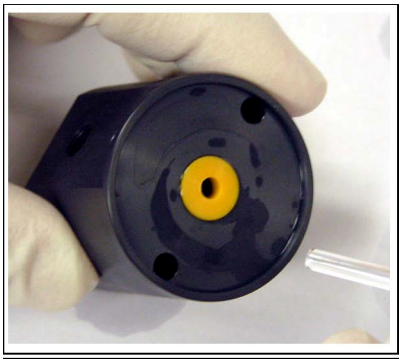
1 Si il s'agit de la tête de pompe secondaire, ouvrir la vis de purge un demi-tour dans le sens anti-horaire.
2 Lubrifier le joint et la tête de pompe avec un peu d'isopropanol pour faciliter le montage.
3 Pousser le piston au travers du spacer et au travers du nouveau joint de piston.
4 Insérer le piston et le joint dans la tête de pompe.
5 Pour asseoir le joint correctement pousser le spacer jusqu'à la tête de pompe. Un clic doit être entendu ce qui signifie que le joint est placé.



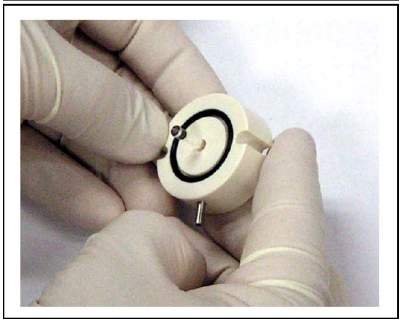




6. Enlever le spacer et le piston et vérifier que le joint est affleurant par rapport à la tête de pompe..



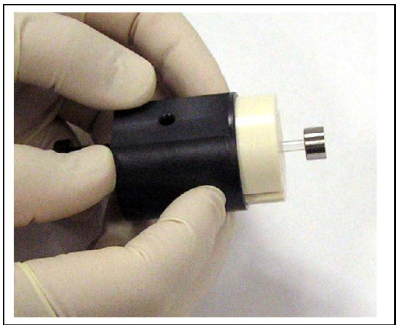
7. Verifier que le O-ring est installé dans le spacer.



Pour réinstaller la tête et le piston:

Dionex recommande de réinstaller la tête et piston en un seul bloc, alors le piston se centre de lui-même sur la partie magnétique.

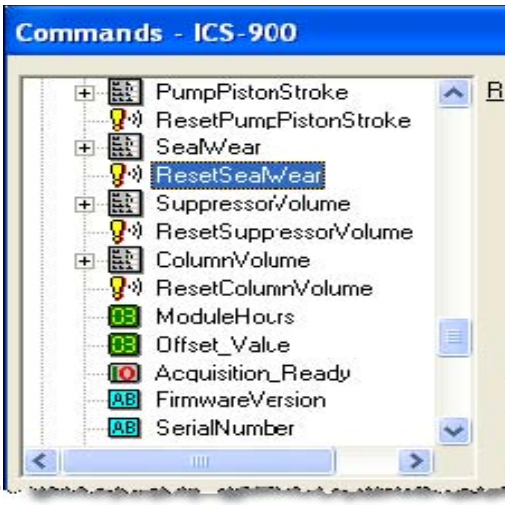
1 Tenir le spacer et le guide avec le tube de drainage verticalement et presser le spacer dans la tête.
2 Insérer le piston pour qu'environ 1/4 de pouces de sa course soit visible. Ceci assure la bonne fixation du piston sur la partie magnétique de la pompe.
3 Réinstaller l'ensemble tête de pompe et visser les vis de maintien.



Pour achever la procédure :

1. Reconnecter toutes les lignes fluidiques à la tête de pompe
2. Fermer la vis de la vanne de purge
3. Allumer l'ICS-900
4. Amorcer la pompe (voir la Section 3.6).
5. Mettre à zero le compteur d'usure du joint dans Chromeleon ou Chromeleon Xpress:

   Presser **F8 pour ouvrir la boîte de dialogue** Commands.
   Dérouler la liste de commandes **Pump_ECD** jusqu'à la commande **ResetSealWear** (voir la Figure 5-11).
   Selectionner la commande and cliquer **Execute**.



Figure

5.8 Replacement d'un piston de pompe

Des fuites continues après changement d'un joint de piston neuf indiquent que le piston est sale, rayé ou cassé..

Suivre les instructions de la Section 5.7 pour installer un nouveau piston (P/N 052840) et un nouveau joint (P/N 055870). Toujours remplacer le joint de piston lors d'un changement de piston. Mettre à zéro le compteur d'usure du joint et le compteur de mouvement du piston.

5.9 Replacement du joint de la vanne de purge

Un joint endommagé peut générer des fuites à la base de la vis de purge

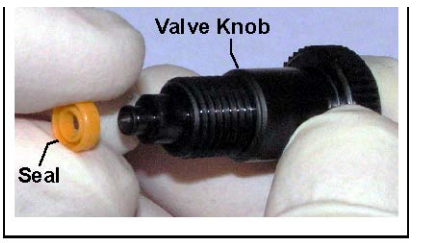
1 Eteindre l'ICS-900.
2 Pour enlever la vis de purge de la tête de pompe (voir Figure 5-12), tourner la vis dans le sens anti-horaire jusqu'à ce qu'elle soit dévissée et alors tirer la en dehors de la cavité.
3 Le joint est enlevé avec la vis

Figure 5-12 vanne de purge et poubelle

Etape 2, tirer le joint au bout de la vis (voir la Figure 5-13). Si le joint n'est pas enlevé avec la vis insérer un objet fin dans la cavité et le retirer avec précautions

IMPORTAN

Ne pas rayé la cavité, auquel cas des fuites peuvent apparaître à la base de la vis quand la pompe est amorcée.



3 Waste Valve Seal Replacement

Figure 5-13 Remplacement du joint de la vis de purge

1 Orienter me nouveau joint (P/N 063382) avec la rainure, côté extérieur, sur la vis
2 Insérer la vis avec le nouveau joint dans la tête de pompe et tourner la vis dans le sens horaire. Visser manuellement.
3 Mettre l'ICS900 sous tension.
4 Amorcer la pompe (voir la Section 3.6).

5.10 Maintenace de la vanne d'injection

Dionex recommande la maintenance annuelle de la vanne d'injection. Le kit (P/N 057896) contient toutes les pièces nécessaires à la maintenance.

NOTE Le remplacement des pièces par des pièces non-Dionex peut altérer le bon fonctionnment de la vanne et annule la garantie.

1 Eteindre la pompe
2 Ouvrir la porte de l'ICS-900.
3 Déconnecter chaque ligne fluidique connectée à la vanne d'injection.
4 Suivre les instructions fournies dans le kit de maintenance de la vanne pour remplacer le rotor, le joint et le stator face.
5 Reconnecter toutes les lignes fluidiques à la vanne.
6 Fermer la porte de l'ICS-900.
7 Allumer la pompe de l'ICS-900 depuis le panneau de contrôle.

8. Mettre à zéro le compteur d'injections dans Chromeleon ou Chromeleon Xpress:

a. Presser **F8** pour ouvrir la boîte de dialogue Commands.
b. Sous **Pump_ECD** dérouler la liste jusqu'à la commande **ResetInjValveCounter** (voir la Figure 5-14).
c. Selectionner la command et cliquer sur **Execute**.

Figure 5-14. Mise à zero du compteur d'injections

5.11 Remplacement de la cellule de conductivité

1. Eteindre l'ICS-900.

1. Déconnecter le cordon d'alimentation.

2. Ouvrir la Porte de l'ICS-900.

3. Déconnecter le tube noir **ELUENT OUT du port ELUENT OUT** du suppresseur. (voir la Figure 5-15).

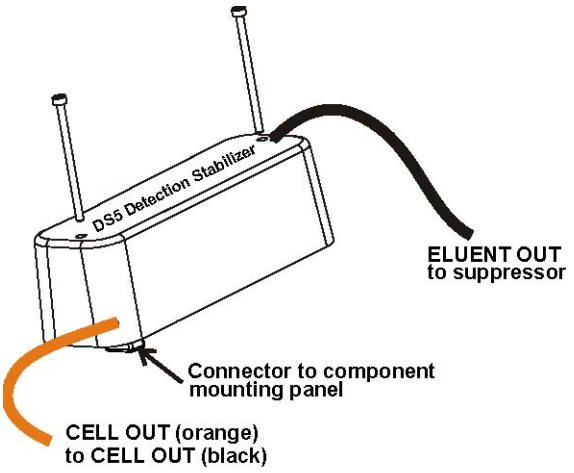


Figure 5-15. Conductivity Cell Assembly

Figure 5-15 cellule de conductivité

4. au tube noir black **CELL OUT**

5. Utiliser une clé Allen pour enlever les deux vis sur le capot de la cellule.

6. Enlever la cellule en la dépluggant du panneau de l'ICS-900.

7. Pluguer la nouvelle cellule de conductivité (P/N 067761) dans son logement.

8. Revisser le deux vis de maintien du capot de la cellule.

9. Connecter le tube **CELL OUT depuis la cellule au tube noir CELL OUT**. Connecter le tube **ELUENT OUT** au port **ELUENT OUT** du suppresseur.

10. Fermer la porte..

11. Reconnecter le cordon d'alimentation de l'ICS-900
12. Calibrer la cellule (voir Section 5.1.4).

5.12 Remplacement du suppresseur.

Se référer au manuel du suppresseur pour les instructions de remplacement du suppresseur. Les manuels des suppresseurs sont fournis sur le CD-ROM Dionex Reference Library (P/N 053891).

1 Eteindre la pompe .
2 Ouvrir la port de l'ICS-900.
3 Déconnecter les 4 tubes éluants et régénérants du suppresseur.
4 Glisser le suppresseur sur la gauche pour le désolidariser du panneau
5 Glisser le nouveau suppresseur vers la droite jusqu'à entendre un clic quand le suppresseur est correctement positionné sur le panneau.
6 Connecter les quatre tubes éluants et régénérants au nouveau suppresseur.
7 Fermer la porte de l'ICS-900.
8 Amorcer la pompe (voir la Section 3.6).

5.13 Changement des fusibles

1. Eteindre l'ICS-900.
1. Déconnecter le cordon d'alimentation

HIGH VOLTAGE—Disconnect the main power cord from its source and also from the rear panel of the ICS-900.

HAUTE TENSION—Débranchez le cordon d'alimentation principal de sa source et du panneau arrière du ICS-900.

HOCHSPANNUNG—Ziehen Sie das Netzkabel aus der Steckdose und der Netzbuchse auf der Rückseite des ICS-900.

1 Le portoir à fusibles est situé en dessous de l'interrupteur (voir la Figure 5-16). Une petite pièce maintien la cartouche à fusible en place. Avec un petit tournevis presser sur cette partie en la relevant pour libérer les fusibles.
2 Tirer la cartouche de fusibles.
3 Remplacer les deux fusibles IEC 127 fuses rated 3.15 A (P/N 954745). Dionex recommande de changer simultanément les deux fusibles.
4 Insérer la cartouche de fusibles dans le panneau arrière jusqu'à ce le portoir soit bien positionner.
5 Reconnecter le cordon d'alimentation et mettre sous tension.

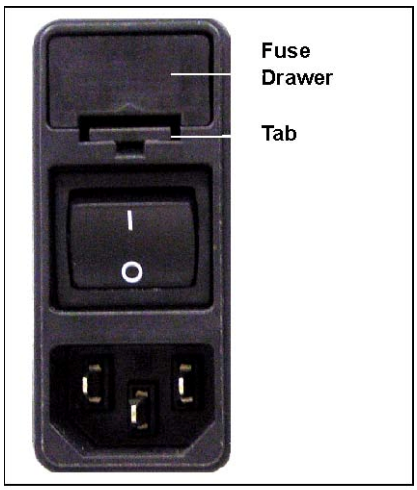


Figure 5-16. Fuse Drawer

Figure 5-16 Portoir à

A • Specifications

A.1 Electriques

Alimentation	90 to 265 VAC, 47 to 63 Hz (Auto-ajustement de la tension d'alimentation)) Maximum input power: 90 W Maximum line : 1.5 A
Fuses	2 fusibles rapides IEC 127 3.15 A (P/N 954745)

A.2 Physiques

Dimensions	Hauteur sans bouteilles : 32.13 cm (12.85 in) Hauteur avec bouteilles et tubes : 59.63 cm (23.85 in) Largeur: 23.23 cm (9.29 in) Profondeur: 39.73 cm (15.89 in)
Poids	14 kg (30 lb)
Niveau sonore	< 53 dBA

A.3 Environmental

Temperature d'utilisation	10 à 35 °C (50 to 95 °F)
Humidité	5% à 95% d'humidité relative, pas de condensation

A.4 Panneau avant

Operational LED Indicators

Les LED affiche l'état opérationnel del'ICS-900

- **Power**

  éteinte: pas d'alimenation

  allumée : sous tension

- **Ready**

  éteinte: non connecté à Chromeleon ou Chromeleon Xpress
  allumée: le système a passé ses selftests et est connecté à Chromeleon ou Chromeleon Xpress
  clignotante: la vérification du système montre des erreurs (se mets en place après 10 minutes de tests sans succès)

- **Run**

  Off: Ne tourne pas

  On: Running/acquisition de données

  Flashing: Erreur/alarme/ (incluant un mauvais positionnement de la vanne d'injection

A.5 Panneau arrière

Link LED La LED **Link affiche l'état de communication entre l'**ICS-900 et Chromeleon ou Chromeleon Xpress:
Éteinte : pas de communication entre l'ICS-900 et Chromeleon ou Chromeleon Xpress.
Allumée : Le lien de communication entre l'ICS-900 et Chromeleon or Chromeleon Xpress est activé, mais aucune données n'est transmise ou reçue.
Cligontante: Le lien de communication entre l'ICS-900 et Chromeleon ou Chromeleon Xpress est active et des données sont transmises ou recues.

A.6 Pump

Type Dual-piston (en series), vitesse variable, 100 µL par révolution

Flow Rate Plage programmable de : 0.01 to 5.00 mL/min,par incrément de 0.01, gamme de travail optimale: 0.20 à 3.00 mL/min

Pression de travail maximale 35 MPa (5000 psi)

A.7 Detecteur

Plage	Digital Signal digital de 0 to 500 µS ou de 0 à 10,000 µS
Temperature Compensation	Préréglée pour une lecture précise à 40 ºC
Cell Drive	9kHz square wave -999 to 999 µS
Auto Offset	Activé par le logiciel Chromeleon ou Chromeleon Xpress
Control and Data Evaluation	Communication avecl 'ICS-900 via un port USB (Universal Serial Bus)
Linearity	1%

A.8 Cellule de conductivité

Corps de cellule en PEEK **Electrodes** Passivées en inox 316 **Volume** 1 µL

P ression Maximum 2.0 MPa (300 psi) **Temperature** régulée à 40 ºC

A.9 Vanne d'injection.

Vanne d'injection deux-positions, six-port, activée électriquement, vanne Rheodyne avec des composants en PEEK

A.10 Delay Volume

System Total <5 mL

B • Informations pour les commandes

Part Number	Désignation
	Pompe
067701	Primary pump head assembly
067703	Secondary pump head assembly
045721	Outlet check valve assembly, 10-32
045722	Inlet check valve assembly, 1/4-28
055870	Piston seal
014895	O-ring
063382	Backup piston seal
067706	Seal holder
052840	Piston
	Boucle d'échantillonnage et vanne d'injection
042949	10 µL sample loop assembly
057896	Injection valve rebuild kit
024305	Luer adapter fitting, 1/4-28 (for manual injections)
	Bouteilles
062510	Eluent bottle assembly (includes stopper and cap)
068222	Anion regenerant bottle assembly (includes stopper and cap)
068223	Cation regenerant bottle assembly (includes stopper and cap)
059068	O-ring for eluent or regenerant bottle stopper

Part Number Item

Produits

057559 Anion regenerant concentrate (75 mL of 2.0 N sulfuric acid)

057555 4-pack of anion regenerant concentrate

057561 Cation regenerant concentrate (100 mL of 2.06 M TBAOH)

057556 4-pack of cation regenerant concentrate

Suppresseurs et cellule

064558 AMMS® 300 suppressor, 4 mm

064559 AMMS 300 suppressor, 2 mm

064560 CMMS® 300 suppressor, 4 mm

064561 CMMS 300 suppressor, 2 mm

067761T Conductivity cell with DS5 Detection Stabilizer

P/N 052324 Microbore tubing kit

C • Contrôle des TTL et Relais

Une barrette de 12 connecteurs pour les relais TTL est localisée à l'arrière de l'IC900. Ce connecteur fournit deux relais sortant, 1 TTL sortant et 4 TTL entrants (Figure C-1).

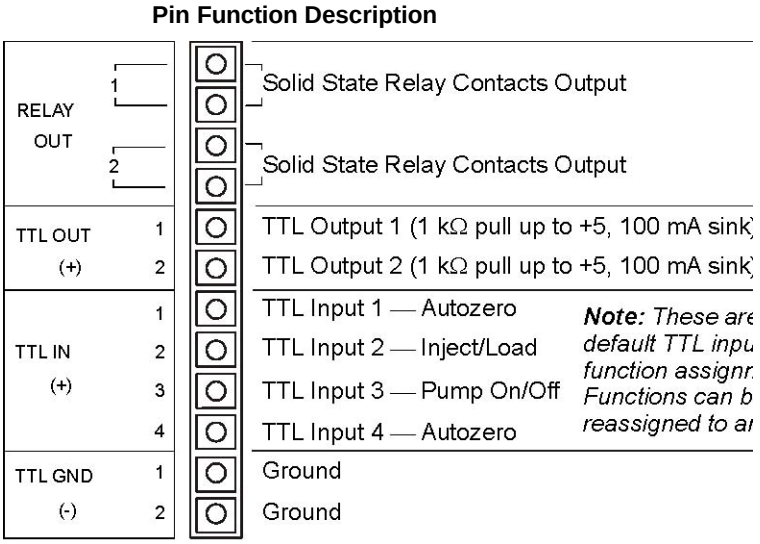


Figure C-1 Connecteur Relai et TTL sur le panneau arrière

Solid State Relay Contacts Output Solid State Relay Contacts Output TTL Output 1 (1 kΩ pull up to +5, 100 mA sink) TTL Output 2 (1 kΩ pull up to +5, 100 mA sink) TTL Input 1 Autozero ***Note:*** *These are the* TTL Input 2 Inject/Load *default TTL input function assignments.* TTL Input 3 Pump On/Off *Functions can be reassigned to any input.* TTL Input 4 Autozero Ground Ground

CAUTION

Un ampérage au-delà de de 200 mA ou des alimentations de plus de 60 V peuvent endommager les relais sur la carte CPU

Les relais sortants 1 et 2 peuvent être configurés pour être fermés quand la pompe fonctionne ou fermés lorsqu'elle est éteinte ceci permet de stopper un module quand le débit est stoppé. Voir la Section C.3.

TTL et relais de sortie peuvent être utilises pour contrôler un module externe comme un passeur ou un autre module Dionex. Les relais 1 et 2 de sortie peuvent être programmes pour couper n »importe quel bas voltage < 200 mA et 60V.

Une fois reliée à un dispositif de contrôle, les entrées peuvent être programmées pour exécuter les fonctions suivantes.

- Basculer la vanne d'injection (load/inject)
- Executer la commande d'autozéro (met la conductivité à zéro)
- Eteint ou allume la pompe

C.1 Connecter un TTL ou un Relai

1. Localiser le connecteur 12-position (P/N 923686) (see Figure C-2) dans le kit ICS-900 (P/N 067768).

2. Obtain a twisted pair of wires (P/N 043598) from the Ship Kit of the Dionex instrument that will be connected to the ICS-900.

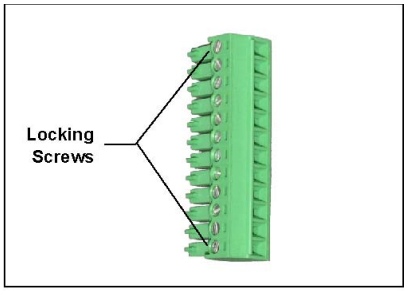


Figure C-2. 12-Position Connector Plug

3. Suivre les étapes basiques pour connecter le TTL ou le relai.

a. Pour que chaque relais ou TTL soit employé, reliez le fil actif (rouge) et le fil de masse (noir) au connecteur 12 positions aux places appropriées. Référez-vous à la Figure C-1 ou à l'étiquette à l'arrière de l'ICS-900 pour l'assignement des positions

Pour attacher un fil à la prise, dénudez l'extrémité du fil, insérez-le dans la prise, et utilisez un tournevis pour serrer la vis de blocage. Au besoin, les fils de masse multiple peuvent être fixés à une position simple d'entrée-sortie de TTL.

CAUTION

En attachant les fils au connecteur, faites attention à ne pas permettre que les fils fassent contact avec une position contiguë sur le connecteur.

- Branchez le connecteur 12 positions à l'arrière de l'ICS-900.
- Connecter les fils du connecteur au TTL ou relai de l'autre module. Des prises additionnelles de connecteur sont fournies avec les autres modules Dionex

NOTE Vérifiez la polarité de chaque raccordement. Reliez les fils du signal à la positions (+) et les fils de masse à la positions (-).

1 Si vous reliez une entrée de TTL, vérifiez que la fonction correcte est assignée à l'entrée et que le type correct de commande d'entrée est choisi. Choisissez les
2 différents paramètres au besoin. (voir Section C.2).
3 Si vous connectez un TTL de sortie que vous voulez utiliser pour éteindre lun module quand la pompe est éteinte, utiliser l'option **Flow Zero** dans le Server Configuration de Chromeleon (voir Section C.3).

C.2 Selectionner les modes de contrôle et fonctions des TTL d'éntrée

Pour sélectionner un mode de contrôle et une fonction pour un TTL d'entrée :

1 Démarrer le serveur configuration (cliquer sur **Start** dans la barre de tâche Windows et sélectionner **Tous les Programmes** (ou **Programmes**) > **Chromeleon > Server Configuration**).
2 Clic droit sur le module ICS-900 dans la Time base et sélectionner P**roperties**.
3 Cliquer sur le **TTL Inputs** (voir Figure C-3).

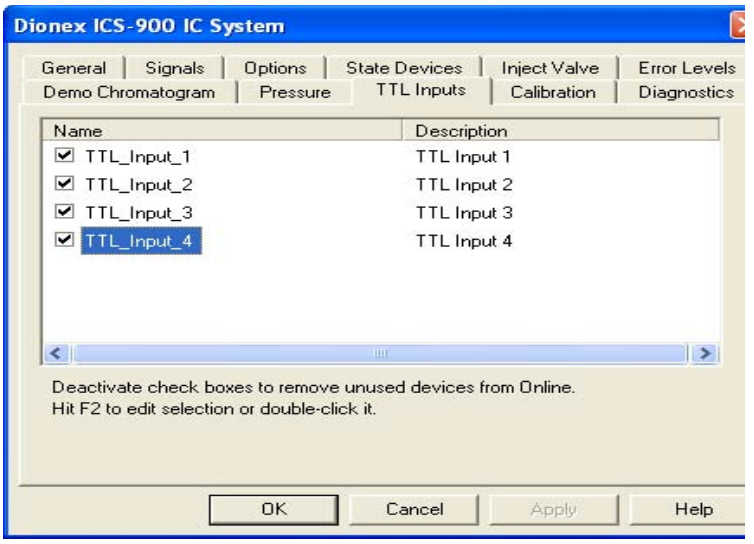


Figure C-3. ICS-900 Server Configuration Properties: TTL Inputs Tab Page

4. Double-cliquer sur le TTL d'entrée ou sélectionner la nom et presser F2 pour ouvrir la boite de dialogue Device Configuration (voir Figure C-4).

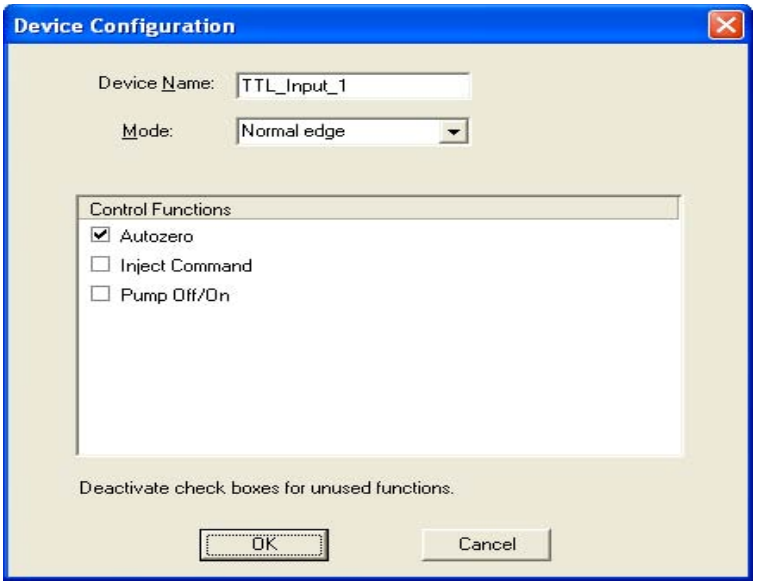
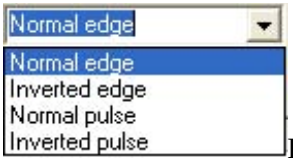


Figure C-4. ICS-900 Server Configuration Properties: TTL Input Configuration

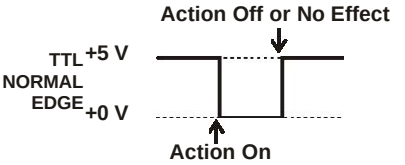
5. Sélectionner le **Mode** désiré et le **Control Function**.

TTL Input Control Modes



Le TTL d'entrée répond à 4 types de signaux pour s'adapter au contrôle de différents modules .Le mode par défaut de contrôle, **Normal Edge**, est compatible avec les signaux de sorties des appareils Dionex. Si le module est connecté à l'ICS-900 n'envoie pas un signal normal, sélectionneer le mode approprié. Se référer à la documentation fournie avec le module à contrôler et aux informations ci-dessous pour sélectionner le type correct.

- *Normal Edge*: Pour l'utilisation du type normal edge, le bord negatif (en chute) d'un signal allume la function. Par ex pour la fonction de LOAD/INJECT le bord négatif commute la position de la vanne en position LOAD.

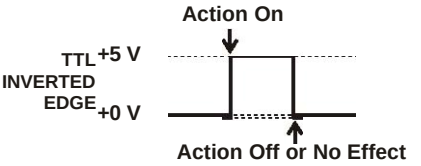


For the **Pump**

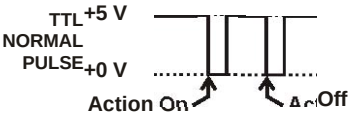
La function **On/Off**, le bord negatif allume la pompe. Pour l'autozéro le bord negatif execute l'autozéro.

L'action du bord (remontant) dépends de la fonction. Par ex, pour le LOAD-INJECT le bord positif bascule la vanne en position INJECT. Pour la pompe le bord positif permet d'éteindre la pompe et pour l'auto zéro le bord remontant n'a pas d'effet.

- *Inverted Edge*: Le mode inverted fonctionne de la même façon que le mode Normal excepter que les fonctions des bords positifs et négatifs sont inversés.



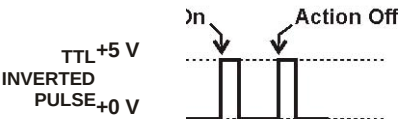
- *Normal Pulse*: En mode Normal Pulse, le bord négatif du signal TTL est actif et le bord positif est ignore.



Un pulse avec 50 ms ou plus est sûr d'être détecté. Un pulse

Un pulse de 4 ms ou moins est sûr d'être ignoré. L'action d'un pulse entre 4 et 50 ms n'est pas assuré.

- *Inverted Pulse*: le mode inverted opère de façon inverse au mode normal pulse



C.3 Configurer les relais de sortie 1 or 2 en liaison avec le débit de la pompe

Les relais de sortie 1 or 2 peuvent être pour s'ouvrir ou se fermer avec le débit de la pompe. Ceci permet de connecter un module qui peut être allumé quand le débit démarre ou éteint quand le débit s'arrête.

1 Démarrer le serveur configuration de Chromeleon (cliquer sur **Start** dans la barre de tâche de Windows et sélectionner **Tous les Programmes** (ou **Programmes**) **> Chromeleon > Server Configuration**).
2 Clic droit sur le module ICS-900 et sélectionner **Properties**.
3 Cliquer sur l'onglet **State Devices** (voir Figure C-5).

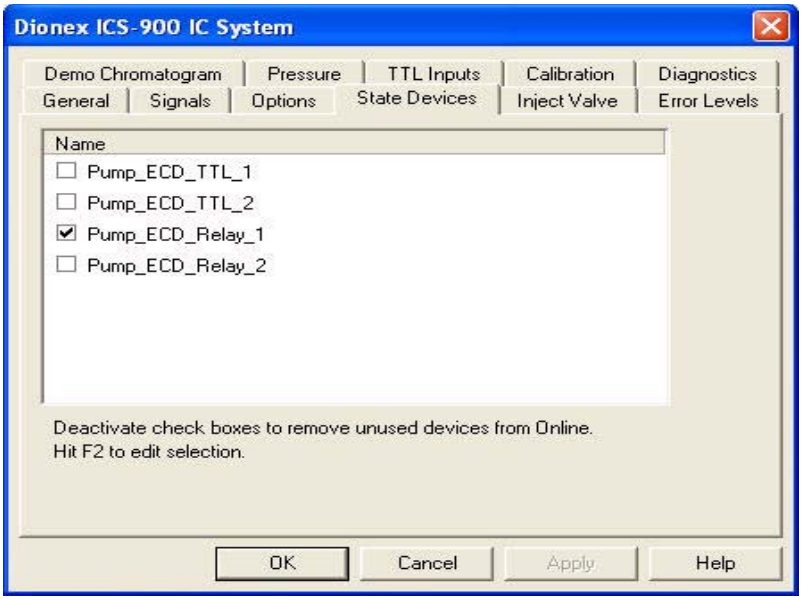


Figure C-5. ICS-900 Server Configuration Properties: State Devices Tab Page

4. Selectionner le nom du relai de sortie (**Pump_ECD_Relay_1** or **Pump_ECD_Relay_2**) et presser **F2** pour ouvrir la boîte de dialogue Device Configuration (voir la Figure C-6).

NOTE Selectionner Pump_ECD_Relay_2 si un AS40 est déjà connecté au Pump_ECD_Relay_1.

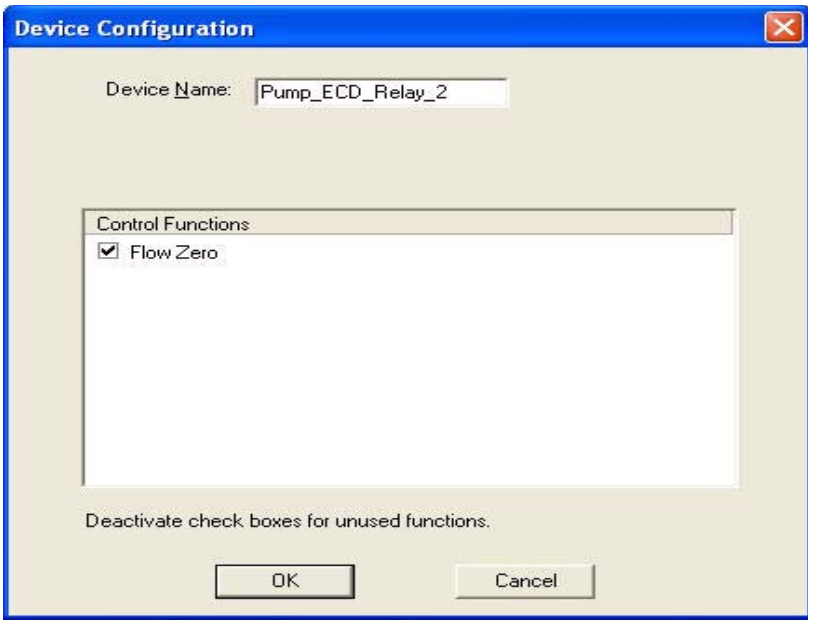


Figure C-6. ICS-900 Server Configuration Properties: Flow Zero Configuration

5. Selectionner le **Flow Zero** et cliquer sur **OK**.

L'ICS-900 ouvrira désormais ce relai de sortie quand la pompe s'arrêtera et le fermera quand elle démarrera. Le relai peut être utilisé pour allumer ou éteindre un module accessoire quand la pompe démarre ou s'arrête.

Pour utiliser ce relai de sortie pour une autre fontion, décocher la fonction flow zero . Chromeleon ou Chromeleon Xpress controlera alors le relai de sortie. (voir Section C-4).

C.4 Contrôle des TTL et Relay de sortie

L'ICS-900 fournit deux sorties de TTL et deux contacts relais pour la commande des fonctions dans les dispositifs externes, tels qu'un intégrateur ou un échantillonneur automatique. Les sorties de relais peuvent être employées pour commuter n'importe quelle commande de basse tension. Le courant commuté doit être inférieur à 200 mA et à 60 V. Le relais est par défaut ouvert. Quand le relais est fermé, le courant passe dans le dispositif relié.

Un ampérage au-delà de de 200 mA ou des alimentations de plus de 60 V peuvent endommager les relais sur la carte CPU

Les sorties des TTL sont normalement à 5 volts. Le réglage d'un TTL à 0 volts active l'actiondans le dispositif relié..

Les états des TTL et des relais peuvent être commandés par Chromeleon, soit avec des commandes directes via le panneau de contrôle soit avec un fichier programme

Pour contrôler directement les relais et TTL de sortie

1 Presser la touché **F8** pour ouvrir la boîte de dialogue Commands .
2 Dérouler la liste sous **Pump_ECD** et selectionner le nom du TTL ou relai choisi.
Alors, executer la commande désirée. (voir l'exemple en Figure C-7).

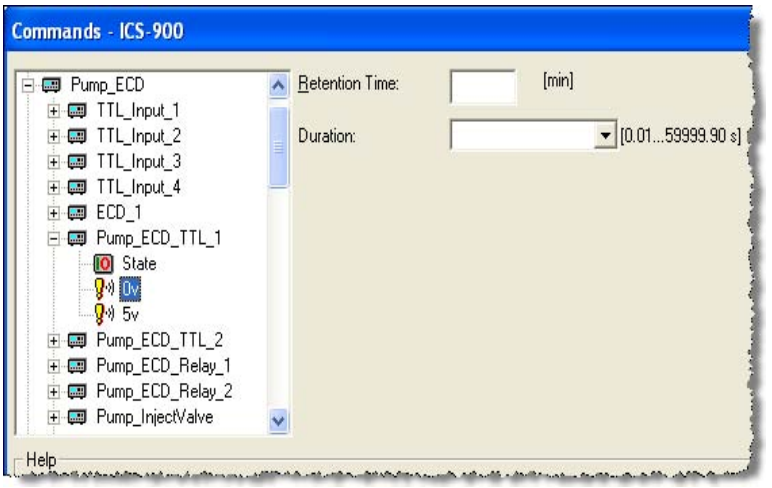


Figure C-7. Chromeleon Commands Dialog Box: Example TTL Output Control Command

Pour programmer un TTL ou un relai de sortie

Ajouter les commandes pour contrôler le TTL et le relai de sortie dans un programme Chromeleon ou Chromeleon Xpress. Vous pouvez entrer les commandes sur l'onglet **Relay and State Devices** du Program Editor ou Program Wizard (voir Figure C-8).

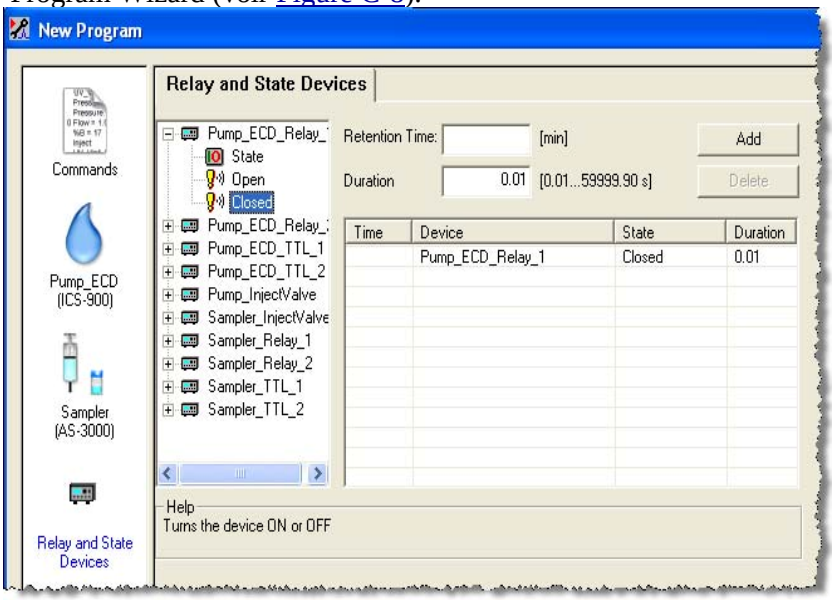


Figure C-8. Chromeleon or Chromeleon Xpress Program Editor: Example Relay Output Control Command

C.5 Contrôler un AS40 Automatisé avec un relai

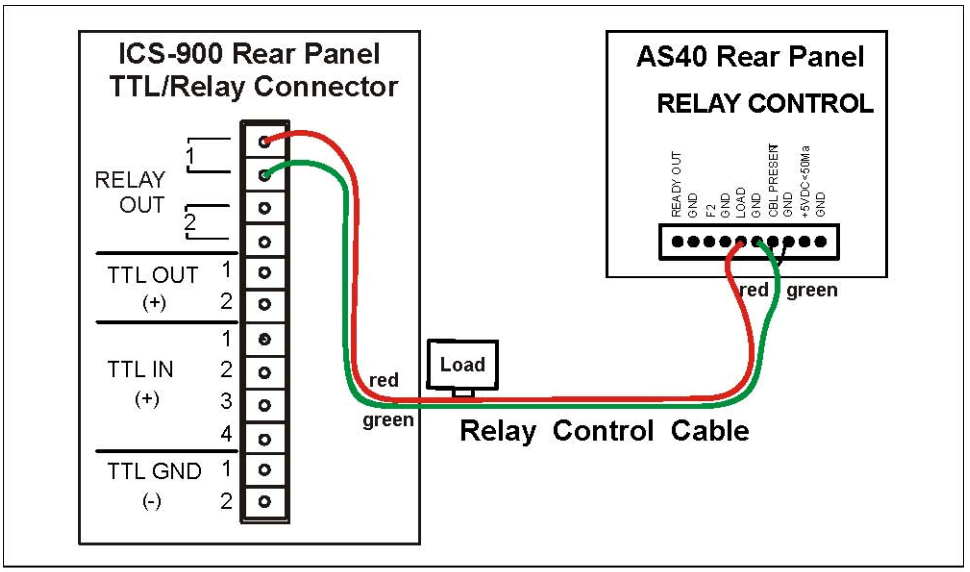


Figure C-9. Example AS40 Automated Sampler Connection

Figure C-10 montre un exemple de commandes pour le contrôle du relai 1 sur l'ICS-900. ce relai est connecté au relai LOAD sur l'AS40. La commande P**ump_ECD_Relay_1.Closed** ferme le relai 1 out qui démarre l'AS40

Cycle de chargement : Après 138 secondes (**Duration=138.00**), le cycle de chargement de l'AS40 est terminé et le relai est ouvert

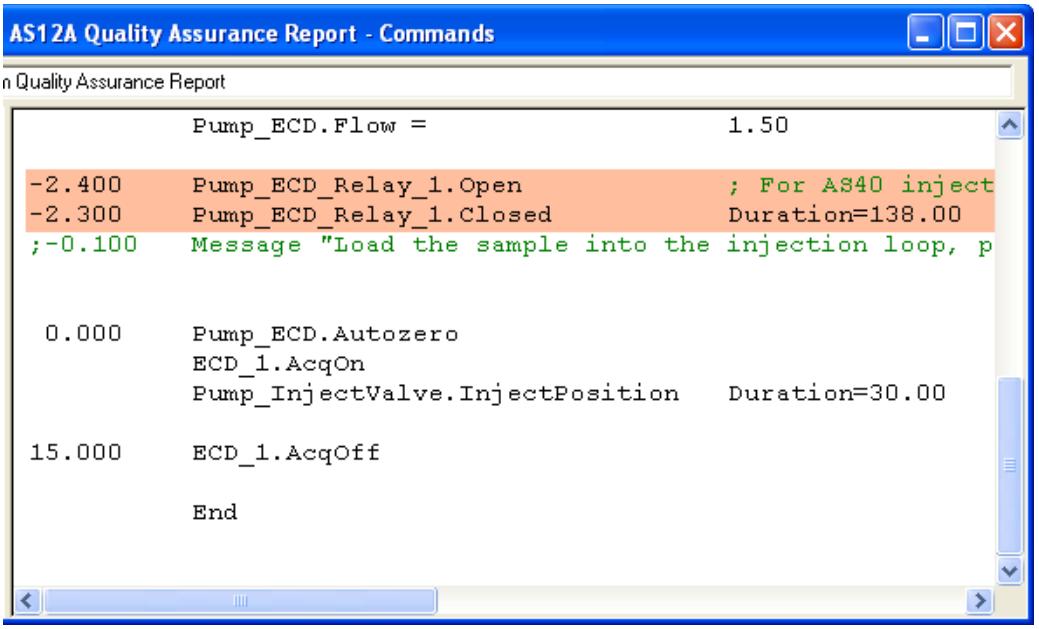


Figure C-10. Example Program for AS40 Control

D•FAQ

D.1 Comment est ce que je connecte un échantillonneur automatique

Pour les instructions sur la façon de relier l'ICS-900 à un échantillonneur automatiqueAS50. Pour relier un AS40, voyez également *le manuel de l'opérateur de l'AS50* (document numéro 031169) ou *le manuel de l'opérateur de l'AS40* (Document Numéro 034970). Les manuels sont inclus sur le CDROM(P/N053891) de Dionex, situé dans le kit livré avec l'ICS-900

D.2 Quand dois-je recalibrer le système?

Recalibrer, tous les 6 mois ou après changement d'un composant majeur de du système ou après changement d'un composant majeur du système (colonne, cellule, suppresseur etc…)

D.3 Pourquoi les temps de rétention bougent?

Les temps de rétention peuvent se décaler si l'écoulement de la pompe n'est pas régulier ou si la colonne ou l'éluant est souillée. Voir la section 4,6 pour le dépannage du débit de pompe. Si on suspecte une colonne souillée, nettoyez la colonne comme indiqué dans le manuel de la colonne. Le manuel de la colonne est inclus sur le CD ROM de Dionex (P/N053891), situé dans le kit livré avec l'ICS-900 (P/N 053891).

Des changements de température ambiante peuvent avoir un impact sur les temps de rétention. L'effet varie en fonction du type de colonne mais il est plus prononcé lors de l'analyse de cations.

D.4 Comment dois-je adjuster les temps de retention?

Les temps de rétention sont calculés pendant la calibration. Le paramètre **Use Recently**. **Detected Retention Time** dans le QNT Editor de Chromeleon (Onglet **General**) peut être employé pour compenser quelques dérives des temps de rétention; par exemple, évaporation des composants volatils dans les solvants pré mélangés ou une colonne vieillissante. Référez vous à l'aide du Chromeleon ou au guide de l'utilisateur pour les détails

D.5 Quand est-ce que je devrais refaire les étalons?

Les étalons sont employés seulement pour la calibration et devraient toujours être neufs (ils ont une durée de vie de seulement une semaine)..

D.6 Quand est-ce que je devrais refaire les éluants?

Les éluants devraient être refaits toutes les deux ou trois semaines.

D.7 Comment est-ce que je démarre Chromeleon?

Cliquez sur **Démarrer** sur la barre des tâches, et sélectionnez **Programmes >Chromeleon >Chromeleon**.

D.8 Comment est-ce que je sauvegarde des données?

Dans Chromeleon, sélectionnez **File >Export/Backup**. Sauvegardez les données et indiquez le répertoire

D.9 Comment est-ce que je supprime des données?

Dans l'explorateur de Chromeleon (Browser), sélectionnez la séquence que vous voulez supprimer et allez dans le menu **File >Delete**

D.10 Comment est-ce que j'éteins le système?

Dans Chromeleon ou Chromeleon Xpress, éteindre la pompe de l'ICS-900 à partir du panneau de contrôle (voir Figure 2-11). Sur l'ICS-900, mettre l'appareil hors tension avec l'interrupteur sur la panneau arrière (voir Figure 2-3).

D.11 Comment est-ce que je stocke des colonnes?

Les colonnes devraient être stockées dans l'éluant. Voyez le manuel de la colonne pour les instructions complètes. Le manuel de la colonne est inclus sur le CD-ROM (P/N053891)

D.12 Comment est -ce que je sais qu'une colonne est contaminée?

Voir la section du dépannage (troubleshooting) du manuel des colonnes.

D.13 Comment est-ce que je nettoie une colonne ?

Voir la section du dépannage (troubleshooting) du manuel des colonnes.

D.14 Pourquoi la conductivité est-elle élevée?

Possible reasons for high conductivity include:

Les raisons possibles d'une conductivité élevée sont:

• Le suppresseur a besoin d'être régénéré. Voyez le manuel du suppresseur pour l'information sur le dépannage. Le manuel du suppresseur est inclus sur le CD-ROM (P/N053891) de Dionex,

- le régénérant doit être refait. Voir la Section 3.5 pour les instructions de préparation du régénérant
- La cellule a besoin d'être calibrer. Voir la Section 5.1.4

E • Introduction à la Chromatographie Ionique (IC)

Le système de chromatographie ionique Dionex ICS-900 permet l'analyse isocratique des ions en utilisant la suppression conductimétrqiue. Un système de chromatographie ionique comme l'ICS-900 consiste en un éluant liquide, une pompe haute pression, un injecteur, une colonne de séparation un suppresseur chimique et une cellule de conductivité. Avant analyse d'un échantillon le système doit être calibré en utilisant une solution standard. En comparant les données obtenues avec l'échantillon à celles du standard les ions de l'échantillon peuvent être quantifiés. ..Un logiciel de chromatographie sur PC converti chaque pic d'un chromatogramme en une concentration et produit un tableau de résultats .

L'analyse IC consiste en 4 étapes (voir Figure E-1):

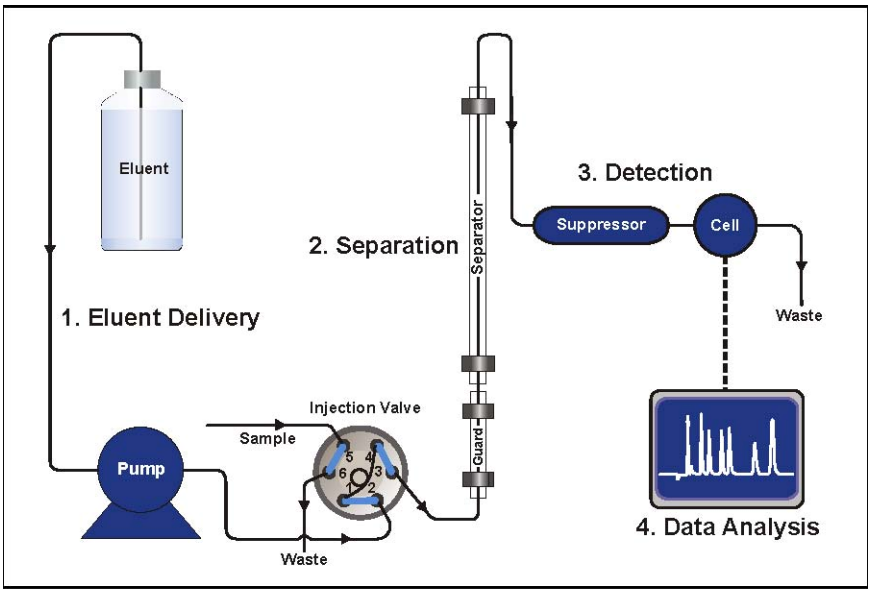


Figure E-1. Ion Analysis Process

1 Eluant

• L'éluant, un liquide qui aide à séparer les ions de l'échantillon, amène l'échantillon à travers le système de chromatographie ionique. L'ICS-900 est un système isocratique. Ceci signifie que la composition et la concentration en éluant demeurent constantes durant toute l'analyse.Eluent,

2. Separation

- Comme l'éluant et l'échantillon sont pompés au travers de la colonne de séparation. Les ions de l'échantillon sont séparés. Pour l'ICS-900, le mode de séparation est l'échange d'ions et il est basé sur la plus ou moins grande facilité qu'ont les ions à migrer au travers d'une colonne IC et ceci dépend de leurs interactions avec les sites d'échanges.

3. Detection Suppression

Après que l'éluant et les ions de l'échantillon aient traversé la colonne, ils passent par le suppresseur qui augmente sélectivement la détection des ions de l'échantillon tout en supprimant la conductivité de l'éluant
Une cellule de conductivité permet la mesure de la conductance des ions de l'échantillon qui viennent du suppresseur et produit un signal base sur les propriété physiques et chimiques de l'analyte
.

4. Data Analysis

La cellule de conductivité transmet le signal à un système d'acquisition de données.
• Le système d'acquisition de données (pour l'ICS-1500, c'est Chromeleon®) identifie les ions basés sur le temps de rétention, et mesure chaque analyte en intégrant la surface de pic ou la hauteur de pic. Les données sont dosées en comparant les pics de l'échantillon dans un chromatogramme à ceux produits à partir d'une solution étalon. Les résultats sont affichés comme chromatogramme et les concentrations des analytes ioniques peuvent être automatiquement déterminées.

NOTE Glossaire des termes de chromatographie , voir Appendix F.

F • Glossaire

Analytical Column Synonyme de Colonne de séparation

L'élargissement de bande
L'élargissement de la bande est souvent lié au passage dans la colonne. L'élargissement de la bande peut également se produire à cause de la vanne d'injection, la cellule du détecteur, et les tuyaux reliant l'ensemble..

Courbe de calibration
Un graphique montrant la réponse du détecteur en hauteur ou surface de pic par rapport à la concentration de l'analyte

Facteur de capacité (k´)
Le nombre de volumes de colonne d'éluant, pompés par la colonne, requise pour éluer un composé. Le facteur de capacité est une mesure sans dimension de conservation qui est indépendante de la longueur de colonne ou du débit de l'éluant. On le calcule comme suit

$$k' = \frac{t_r - t_o}{t_o}$$

Constante de Cellule (k)
Ce facteur déterminé expérimentalement en mesurant la conductance (G) d'une étalon de conductivité équivalente connue (k).

$$k = \kappa / G$$

La valeur de k dépend de la surface, et de la distance entre les électrode dans la c conductivité.

$$k = l / A$$

où: l = longueur
A = surface d'une électrode (l'autre électrode étant égale à la première)

Chemin préférentiel
Le chemin préférentiel permet au liquide de passer par un chemin moins résistant au travers Ceci cause **l'élargissement de bande.**

Efficacité de Colonne (N)
Une mesure *de l'étroitesse* de la bande du composé pendant qu'il s'élue à travers la colonne. Un rendement élevé est souhaitable parce que la résolution entre les bandes étroitement espacées s'améliore avec une plus grande efficacité. Pour un pic (gaussien) symétrique, l'efficacité de colonne peut être déterminée par ce qui suit:

$$N = 5.54(t_1/W_{1/2})^2$$

Là où: t 1 = le temps de rétention de pic (en secondes)
W 1/2 = la largeur du pic à mi-hauteur (en secondes)
L'efficacité de colonne est proportionnelle à la longueur de la colonne : pour un diamètre donné, pour une résine donnée, l'augmentation de la longueur de colonne augmente l'efficacité de colonne. Synonyme du **nombre de plateaux théorique.**

Sélectivité de Colonne (a)
Décrit la séparation relative des bandes maximales entre deux pics adjacents.

La sélectivité peut être déterminée par ce qui suit:

$$\alpha = (t_2 - t_0)/(t_1 - t_0)$$

t_1 et t_2 = temps de rétention des composés 1 et 2
t_0 = temps de rétention des composés non retenus (volume mort)

Colonne de Concentration
Une colonne courte pour retenir et concentrer des composés d'un volume mesuré d'un échantillon relativement propre. Ceci permet à de grands volumes d'échantillon d'être injectés, abaissant les limites de détection

Conductivité
C'est la mesure de la facilité avec laquelle le courant électrique traverse un liquide entre deux électrodes opposées et chargées. La conductivité est une caractéristique des ions en solution.

Les unités sont les Siemens

Contre-ion

Les ions portant une charge vis-à-vis des ions de l'échantillon (par exemple, Na + peut être le contre-ion d'un Cl – analyte). Ces ions préservent la neutralité électrique en solution..

% de réticulation

Divinylbenzène contenu dans une résine de polystyrene/divinylbenzene (PS-DVB); ceci contribue à la force mécanique de la résine et détermine les propriétés chromatographiques.

Conductivité Équivalente (λ)

La contribution d'une espèce ionique à toute la conductivité d'une solution comme mesurée dans une cellule standard ayant des électrodes de 1 cm 2 de surface exactement et distantes d'1 cm.d'une solution comme mesurée

Colonne de garde

Une petite colonne qui empêche la pollution de la colonne de séparation en absorbant les contaminants organiques et en enlevant des substances particulaires. Elle est remplie de la même résine que la colonne de séparation. Synonyme de **Pre-Colonne**

.HETP (H) **H**eight **E**quivalent to a **T**heoretical **P**late.

Height **E**quivalent to a **T**heoretical **P**late (Hauteur équivalente de plateau théorique). Une mesure d'efficacité de la colonne qui permet la comparaison entre les colonnes de différentes longueurs. $HETP = H = L/N$

L = logueur de la colonne (mm)
N = Nombre de plateaux théoriques

Capacité d'échange d'ions

Le nombre d'emplacements actifs d'échange ionique dans un poids ou un volume donné de résine; celui-ci est habituellement exprimé en meq/g ou meq/mL.

Résine échangeuse d'Ions

Un polymère insoluble contenant des emplacements d'échange à charges fixes (anionique ou cationique). Les résines d'IC sont façonnées avec de petites particules sphériques (perles).

Packing

Le matériel qui remplit la colonne chromatographique; habituellement une résine ou un matériel basé sur de la silice..

Resine Pelliculaire

Une résine avec un noyau plein et non-poreux, enduit d'une couche mince d'un matériel plus poreux. Les emplacements d'échange des résines pelliculaires d'échange ionique sont situés seulement sur la couche extérieure de la perle. Ces résines ont une faible capacité d'échange ionique.

Pre-Column Synonyme de colonne de garde.

Regenerant
Une base ou unacide dilué qui alimente les sites échangeurs d'ions dans le suppresseur pour suppressée la conductivité de l'éluant.

Résine
Voir **La Résine Échange ionique.**

Résolution (R)
Une mesure de la séparation entre deux composés d'un échantillon. Ceci est exprimé comme le rapport de la distance entre les deux pics maximaux à la valeur moyenne de la largeur de pic à la ligne de base.

$R = 2(t_2 - t_1)/(W_2 + W_1)$

t 1 et t 2 = les temps de rétention des composés 1 et 2
W 1 et W 2 = la largeur de ligne de base des pics 1 et 2, (mesurée dans les mêmes unités
que le temps de rétention)
R est proportionnel à la racine carrée de l'efficacité (N). Une valeur de R = 1,5 représente la " séparation de ligne de base " des deux pics.

Temps de rétention

Le temps que met un composé à traverser le système de la vanne d'injection à la cellule; la base pour l'identification d'une espèce dans l'analyse chromatographique.

Colonne de séparation

La colonne effectuant une séparation chromatographique; est également appelée une colonne analytique.

Siemens (S)

Mesure d'unité de conductivité; l'inverse de la résistance électrique d'une solution.

Suppresseur
Un dispositif pour réduire au minimum la conductivité de l'éluant et convertir l'espèce de l' échantillon en forme commune, de ce fait augmentant la sensibilité de la détection.

Coefficient de Temperature

Le pourcentage de changement de la conductivité d'une solution avec un changement de 1°C de la température. Chaque solution a un coefficient caractéristique de la température qui est déterminé expérimentalement

Plateau théorique (N)
Voir l'e**fficacité de la Colonne**.

Void Volume (V_0)

Le volume occupé par l'éluant dans une colonne remplie. Ce volume inclut le volume entre lavanne d'injection et la colonne, aussi bien qu'entre la colonne et la cellule du détecteur. Les composants non retenus sont élués dans le volume mort.

Document de référence No. 065215
Revision 01 March 2008

Traduction 30 septembre 2008
sylvain.morel@dionex.com